

PUBLICATIONS DE L'UNIVERSITÉ DE NANCY
COLLECTION DES THÈSES DE LA FACULTÉ DES SCIENCES
SCIENCES PHYSIQUES

PREMIÈRE THÈSE

**Etude des mécanismes de précipitation et de déformation
plastique dans quelques alliages à base de nickel.**

DEUXIÈME THÈSE

La graphitisation dans les fontes

présentées à la faculté des Sciences de l'Université de Nancy
pour obtenir le grade de Docteur ès-Sciences Appliquées

par

Alain ROYER

Licencié ès-Sciences Appliquées

Soutenues le 29 Octobre 1970 devant la Commission d'Examen

JURY :

Membres du jury : M. le Professeur R. FAIVRE	Président
MM. les Professeurs F. DAVOINE . .	} Examineurs
A. VIGNES . .	
M. M. GANTOIS . .	
M. E. HERZOG . .	Invité

1970

PUBLICATIONS DE L'UNIVERSITÉ DE NANCY
COLLECTION DES THÈSES DE LA FACULTÉ DES SCIENCES
SCIENCES PHYSIQUES

PREMIÈRE THÈSE

**Etude des mécanismes de précipitation et de déformation
plastique dans quelques alliages à base de nickel.**

DEUXIÈME THÈSE

La graphitisation dans les fontes

présentées à la faculté des Sciences de l'Université de Nancy
pour obtenir le grade de Docteur ès-Sciences Appliquées

par

Alain ROYER

Licencié ès-Sciences Appliquées

Soutenues le 29 Octobre 1970 devant la Commission d'Examen

JURY :

Membres du jury : M. le Professeur R. FAIVRE	Président
MM. les Professeurs F. DAVOINE . .	} Examineurs
A. VIGNES . .	
M. M. GANTOIS . .	
M. E. HERZOG . .	Invité

1970



ANNEE SCOLAIRE 1969 - 1970

Doyen : M. AUBRYAssesseur : M. GAYDoyens honoraires : MM. CORNUBERT - ROUBAULT

Professeurs honoraires : MM. RAYBAUD - LAFFITTE - LERAY - JOLY - LAPORTE
 EICHBORN - CAPELLE - GODEMENT - DUBREIL - L. SCHWARTZ - DIEUDONNE - DE MAL-
 LEMAN - LONGCHAMBON - LETORT - DODE - GAUTHIER - GOUDET - OLMER - CORNUBERT
 CHAPELLE - GUERIN - WAHL

Maître de Conférences honoraires : MM. LIENHART - PIERRET - M^{le} MATHIEUPROFESSEURS

MM. ROUBAULT	Géologie	GAYET	Physiologie
VEILLET	Biologie animale	HADNI	Physique
BARRIOL	Chimie Théorique	*BASTICK	Chimie
BIZETTE	Physique	DUCHAUFOR	Pédologie
GUILLIEN	Electronique	GARNIER	Agronomie
LEGRAS	Mécanique Rationnelle	NEEL	Chimie Organique Indust.
BOLFA	Minéralogie	BERNARD	Géologie Appliquée
NICLAUSE	Chimie	*CHAMPIER	Physique
FAIVRE	Physique Appliquée	*GAY	Chimie Biologique
AUBRY	Chimie Minérale	STEPHAN	Zoologie
COPPENS	Radiogéologie	*CONDE	Zoologie
DUVAL	Chimie	*WERNER	Botanique
FRUHLING	Physique	EYMARD	Calcul Différentiel & Intégral
HILLY	Géologie	LEVISALLES	Chimie Organique
LE GOFF	Génie Chimique	FELDEN	Physique
SUHNER	Physique Expérimentale	*GOSSE	Mécanique Physique
CHAPON	Chimie Biologique	DAVOINE	Physique (ENSMIM)
HEROLD	Chimie Minérale Indust.	HORN	Physique (1er Cycle)
SCHWARTZ B.	Exploitation Minière	*ROCCI	Géologie
MALAPRADE	Chimie	DELPUECH	Chimie Physique
*MANGENOT	Botanique		

N Chimie Biologique
 N Mécanique Appliquée
 N Analyse Supérieure
 N Méthodes Mathématiques de la Physique
 N Mécanique Rationnelle

(*) Professeur titulaire à titre personnel

PROFESSEURS SANS CHAIRE

Mme BASTICK	Chimie P.C. Epinal	BALESDENT	Thermodynamique, Chimie Appliquée (ENSIC)
MM. GUDEFIN	Physique	BLAZY	Minéralogie Appliquée (ENSG)
VUILLAUME	Psychophysiologie	JANOT	Physique P.C. Epinal
FRENTZ	Biologie Animale	CACHAN	Entomologie Appliquée (ENSA)
MARI	Chimie (ISIN)	JACQUIN	Pédologie et Chimie agricoles
AUROUZE	Géologie	MAINARD	Physique M.P.
DEVOT	Physique du Solide	MARTIN	Chimie P.C.
FLECHON	Physique P.C.	PAULMIER	Mécanique Expérimentale
Mle HUET	Mathématiques C.B.G	PROTAS	Minéralogie
VIGNES	Métallurgie		
JURAIN	Géologie C.B.G		

MAITRE DE CONFERENCES

MM. JOZEFOWICZ	Physico-Chimie	ROQUES	Chimie Minérale
RIVAIL	Chimie Appliquée (U CES)	FERRIER	Mathématiques
VILLERMAUX	Génie Chimique	GILORMINI	Mécanique (ISIN)
METCHE	Biochimie appl. (Brasserie)	DEXHEIMER	Botanique
PAIR	Mathématiques Appliquées	CASTRO	Chimie Organique
BAUMANN	Physique 1er Cycle	N.	Mécanique des fluides (ISIN)
DURAND	Physique	N.	Mathématiques
GRANGE	Physique (ISIN)	N.	Mathématiques P.C.
DEPAIX	Probabilités et statist.	N.	Mathématiques C.B.G.
BAVEREZ	Chimie (ENSIC)	N.	Physiologie Animale
CHAMBON	Exploit. Minière (Mines)	N.	Mathématiques M.P.
HUSSON	Physique (ENSEM)	N.	Chimie Organique
WEISSLINGER	Physique	N.	Chimie (ENSIC)
GERL	Physique (ENSEM)	N.	Mathématiques

CHARGES D'ENSEIGNEMENTS

MM. AMARIGLIO - COEURE - DAVRAINVILLE - GIRARDEAU - HILY - MAURIN - NOVERRAZ - OVAERT - ROYER - WEBER -

A Monsieur le Professeur R. FAIVRE

Directeur du Laboratoire de Physique
de l'Etat Métallique

Hommage respectueux

A Monsieur Michel GANTOIS

Docteur ès Sciences Physiques
Maître-Assistant à la Faculté des Sciences

Hommage reconnaissant

A MES PARENTS

A MA FEMME

Notre travail a été effectué au Laboratoire de Physique de l'Etat Métallique de la Faculté des Sciences et de l'Ecole Nationale Supérieure de la Métallurgie et de l'Industrie des Mines de Nancy dirigé par Monsieur le Professeur René FAIVRE que nous tenons à remercier pour les encouragements et les conditions de travail qu'il nous a procurés au cours de cette étude.

Nous tenons à remercier tout particulièrement Monsieur Michel GANTOIS, Docteur ès Sciences Physique, Maître-Assistant à la Faculté des Sciences de Nancy qui nous a initié à la Recherche et a dirigé notre travail en nous faisant bénéficier de son expérience et de sa compétence tout au long des quatre années passées dans son service. Nous tenons spécialement à lui exprimer notre profonde reconnaissance pour les nombreux conseils qu'il nous a prodigués au cours de nos discussions quotidiennes, ne ménageant jamais ni son temps ni son énergie.

Nous remercions Monsieur le Professeur G. CHAUDRON, Membre de l'Institut qui a bien voulu présenter à l'Académie des Sciences plusieurs notes qui exposaient certains points importants de notre travail.

Nos sentiments de profonde reconnaissance vont également à la Compagnie "International Nickel", grâce à qui, une aide matérielle a pu nous être accordée pendant notre dernière année de travail.

Nous adressons nos plus vifs remerciements à
Monsieur le Professeur DAVOINE, Directeur de l'Ecole Nationale
Supérieure de la Métallurgie et de l'Industrie des Mines de Nancy
à Monsieur le Professeur A. VIGNES ainsi qu'à Monsieur HERZOG
qui ont accepté, avec une grande amabilité, d'examiner notre tra-
vail et de faire partie de notre commission d'examen.

Nos remerciements vont également à tous nos camarades
chercheurs et techniciens du laboratoire et en particulier à
Messieurs POIRSON et MICHEL pour l'aide qu'ils nous ont apportée
ainsi qu'à Mademoiselle MENJOZ et Monsieur COLLERET pour leur
participation à l'impression de ce mémoire.

INTRODUCTION

Les superalliages à base nickel sont employés depuis une trentaine d'années pour des applications qui nécessitent de bonnes propriétés mécaniques à haute température et une bonne résistance à l'oxydation. En particulier, la demande de l'industrie aéronautique a suscité de nombreuses recherches et les caractéristiques mécaniques de ces alliages se sont continuellement améliorées au cours de ces dernières années.

L'amélioration des caractéristiques mécaniques a été essentiellement obtenue, d'une part, grâce à la précipitation de phases intermétalliques provoquée par l'addition d'aluminium et de titane et, d'autre part, grâce au renforcement de la matrice par des additions de cobalt, molybdène et tungstène.

Le tableau I (1) indique quelques types de nuances choisies parmi les plus utilisées.

La plupart de ces alliages sont utilisés à l'état forgé puis usinés. En vue de limiter les frais de main d'oeuvre, la tendance actuelle est d'utiliser au maximum les alliages moulés dont on a montré qu'ils ont de meilleures propriétés mécaniques à haute température.

C'est ainsi que l'alliage Nicrotung, par exemple, qui se classe à un rang assez modeste à la température ordinaire

TABLEAU I
COMPOSITIONS DES ALLIAGES INDUSTRIELS A BASE NICKEL

Nom	Composition											
	C	Cr	Al	Ti	Mo	W	Co	Nb	B	Zr	Ni	
Nimonic 75 Nimonic 80 A Nimonic 90 Nimonic 105	0,10	18-21	-	0,2-0,6	-	-	-	-	-	-	Compl.	
	0,10	18-21	0,5-1,81	8-2,7	-	-	2	-	-	-	"	
	0,13	18-21	0,8-2	1,8-3	-	-	15-21	-	-	-	"	
	0,20	13-16	4,2-5,50	9-1,5	5	-	18-22	-	-	-	"	
	Angleterre											
E.I. 435 E.I. 437 B E.I. 617 E.I. 652 V.Z.H.98	0,10	20	-	0,20	-	-	-	-	-	-	"	
	0,08	20	0,7	2,6	-	-	-	-	0,007	-	"	
	0,08	15	2	2	3	7	-	-	0,008	-	"	
	0,10	27	3	-	-	-	-	-	-	-	"	
	0,10	27	-	-	-	14	-	-	-	-	"	
U.S.A												
Inconel	0,08	15	-	-	-	-	-	-	-	-	"	
	Inco 702 Waspaloy René 41 Astroloy Udimet 700	0,10	15,5	3,3	0,6	-	-	-	-	-	(Fe 7)	
		0,10	19,5	1,3	3	4,3	-	13,5	-	0,008	0,08	"
		0,12	19	1,5	3,2	10	-	11	-	0,006	-	"
		0,10	15	4,2	4	5,8	-	15	-	0,025	-	"
Nicrotung Alloy 713 C	0,15	15	4,4	3,6	5,2	-	18,5	-	0,10	-	"	
	0,10	12	4	4	-	8	10	-	0,05	0,05	"	
	Alloy 713 C	0,20	12	6	0,6	4,5	-	-	2	0,015	0,10	"
		0,10	12	4	4	-	-	-	-	0,05	0,05	"

TABLEAU II

CHARGE DE RUPTURE (en $\text{psi} \times 10^3$)

Nom	700°C		800°C		850°C		900°C	
	100 H	1000 H	100 H	1000H	100 H	1000 H	100 H	1000 H
	1400°F		U.S.A. 1500°F		1600°F		1700°F	1800°F
Nimonic 80 A	59	42	26,5	16	16	10	-	-
Ninomic 90	67	48,5	33	20,5	18,5	11,5	-	-
Nimonic 105	84	67	46,5	38,5	34	25	24	13,5
E.I 617	72	61,5	43	31,5	28,5	21,5	18,5	15
E.I 652	-	-	-	-	-	-	-	-
Inco 702	-	-	14	9	8	5,5	4,5	3,5
Waspaloy	60	42	40	26,5	25	16,5	-	-
René 41	68	50	45	29	28	17	18	11
Astraloy	67	54	52	39	37	25	24	14
Udimet 700	78	63	58	43	42	28	27	16
Nicrotung	-	-	68	45	47	32	32	21

LIMITE ELASTIQUE (en $\text{psi} \times 10^3$)

Nom	20°C	200°C	300°C	400°C	500°C	700°C	800°C	900°C
	70°F	1000°F	1200°F	1300°F	1500°F	1600°F	1700°F	
Nimonic 75	116,5	105	109,5	108	101	51,3	28,4	15,7
Nimonic 80 A	155	144	136,5	141	128	105	71,2	34,2
Nimonic 90	179,5	171	166,5	159,5	155	118	81,2	34,2
E.I. 435	-	-	-	104	91	57	30	15,7
E.I. 617	160	-	-	-	-	131	103	77
Inconel	90,5	84	65	-	-	15	-	-
Inco 702	142	120	90	85	62	32	20	-
René 41	206	203	194	182	126	90	58	-
Udimet 700	204	-	180	165	127	100	76	-
Nicrotung	130	-	120	-	115	86	-	-
Alloy 713 C	123	119	-	-	124	111	90	-

surclasse nettement, à haute température, certains alliages forgés de caractéristiques mécaniques très supérieures à la température ordinaire (tableau II) (1).

D'autre part, les alliages durcis par précipitation grâce à l'addition d'aluminium et de titane voient leurs propriétés mécaniques décroître au cours de maintiens prolongés à haute température. Ce phénomène de survieillissement est lié, entre autres, à la coalescence des particules de la phase précipitée.

Ces diverses remarques nous ont conduit à envisager l'étude du durcissement des alliages nickel-chrome par le niobium et le tantale. Le niobium est un élément d'alliage déjà utilisé dans certains alliages industriels mais il est pratiquement toujours accompagné d'aluminium et de titane si bien que son influence propre n'a jamais été totalement élucidée.

Nous avons donc entrepris l'étude d'alliages strictement binaires nickel-niobium et d'alliages strictement ternaires comme les nickel-chrome-niobium et les nickel-chrome-tantale. (On sait, en effet, que ce métal a des propriétés très voisines de celles du niobium.)

Notre étude a essentiellement porté sur le mécanisme de la précipitation en abordant les problèmes relatifs à la structure des phases précipitées, à la morphologie des alliages durcis par précipitation et aux mécanismes de leur déformation plastique.

Cette étude a été effectuée principalement en utilisant les techniques de diffraction et de microscopie électroniques que nous avons complétées en suivant l'évolution de certaines propriétés mécaniques telles que la dureté, la limite élastique et

l'allongement à la rupture à température ambiante.

Enfin pour prendre position dans une controverse subsistant entre certains auteurs au sujet du mécanisme de précipitation de la phase γ' des alliages de nickel durcis par l'aluminium, nous avons repris rapidement l'étude de la précipitation dans les alliages binaires nickel-aluminium.

PLAN

INTRODUCTION

- Généralités.
- Techniques expérimentales.

CHAPITRE I : Mécanisme de précipitation dans un alliage Ni-Al revenu à 638°C et 700°C.

- I - Rappels bibliographiques.
- II - Étude du revenu à 638°C et 700°C de l'alliage Ni-Al à 15 At% Al.
 - a - Premier stade de la précipitation.
 - b - Croissance des particules de précipité et coalescence.
- III - Propriétés mécaniques.

CHAPITRE II : Etude du revenu de la solution solide sursaturée nickel-niobium à 10 At% de niobium.

- I - Rappels bibliographiques.
- II - Mise en évidence d'une transformation ordre-désordre dans la matrice sursaturée entre 400 et 500°C.

CHAPITRE III : Mécanisme de précipitation et de déformation plastique de deux alliages Ni-Cr-Nb et Ni-Cr-Ta.

- I - Rappels bibliographiques
- II - Revenu à 700°C d'alliages à 8 et 10 at% de Nb et Ta

- A - Evolution de la dureté.
- B - Morphologie et structure des précipités métastables.
 - Structure du précipité ,
 - Structure des plans $(112)_{pq}$ - Fautes d'empilement.
- C - Morphologie et structure des précipités d'équilibre - Mécanisme de la transformation.
 - Structure de la phase orthorhombique
 - Défauts de cohérence de l'interface $(111)_m // (010)_{po}$.

III - Revenu des alliages à 450, 600, 800 et 900°C.

IV - Mécanismes de déformation par traction de l'alliage Ni-Cr-Nb (8 %) revenu à 700°C.

A - Résultats expérimentaux.

B - Analyse théorique

V - Propriétés mécaniques de traction des alliages nickel-chrome-niobium.

VI - Conclusions.

CONCLUSIONS GENERALES.

ANNEXES

I - Fondements des théories de la coalescence de Wagner, Lifshitz et Slyozov.

II- Relations angulaires entre plans de Ni_3Nb .

BIBLIOGRAPHIE

TECHNIQUES EXPERIMENTALES

Bien qu'il soit nécessaire de revenir sur certaines techniques expérimentales particulières au cours des différents chapitres du présent mémoire, nous pouvons, dès maintenant préciser, les conditions dans lesquelles nous avons travaillé.

1 - Elaboration des alliages

Les alliages sont préparés à partir de poudre de nickel ex-carbonyle à 99,99 % de pureté ou de plaquettes de nickel de pureté électrolytique, de chrome, de niobium à 99,7 %, de tantale en barre à 99,99 % et l'aluminium en plaquettes à 99,99 %. Les métaux pris en proportions convenables sont placés dans le creuset en cuivre d'un four à arc à électrode de tungstène et à sole conductrice. La fusion s'effectue sous atmosphère d'argon. Les pertes en poids n'ont jamais dépassé 50 mg pour des lingotins de 30 grammes. Les alliages sont ensuite homogénéisés vers 1250°C pendant 48 heures, sous vide de 10^{-5} torrs et trempés dans l'eau à 20°C. Ils se trouvent alors sous la forme d'une solution solide homogène.

Les teneurs atomiques théoriques retenues pour les différents alliages étudiés sont :

Alliages	Ni At%	Cr At%	Nb At%	Ta At%	Al At%
Ni-Al	85				15
Ni-Nb _I	92		8		
Ni-Nb _{II}	90		10		
Ni-Cr-Nb-Ta	80	12	8 ou	8	
Ni-Cr-Nb-Ta	80	10	10 ou	10	

2 - Les traitements thermiques

Les traitements thermiques ont été effectués dans deux fours verticaux sous vide (figure 3). La résistance de ces fours en kanthal ou en crucilite est alimentée à l'aide d'un stabilisateur de tension qui, grâce au bon calorifugeage des fours, permet de stabiliser la température à quelques degrés près jusqu'à 1200°C pour l'un et 1450°C pour l'autre. Ces fours sont munis d'un dispositif qui permet de maintenir l'échantillon sous vide jusqu'au moment où il pénètre dans le fluide de refroidissement du bac de trempe.

3 - Techniques d'étude

Après homogénéisation et mise en forme, les échan-

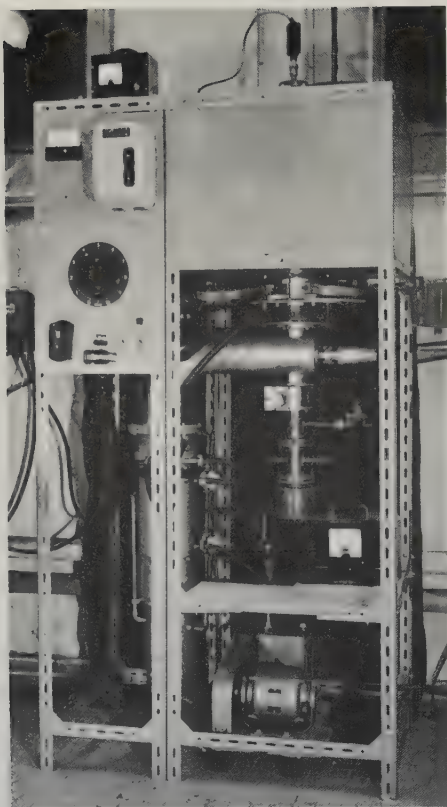
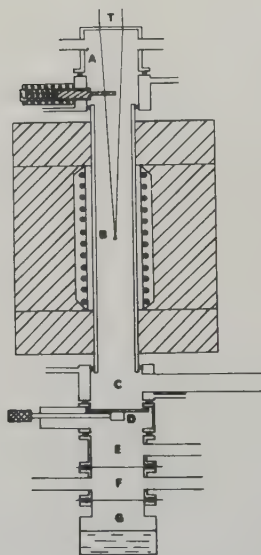


FIGURE 3



Four de traitement thermique et de trempe sous vide

- A - tête supérieure refroidie à l'eau et munie de jauge à vide et de trois supports d'échantillons rétractables.
- B - tube laboratoire en lumine frittée.
- C - tête inférieure refroidie à l'eau, et solidaire du groupe à vide.
- D - vanne à passage direct.
- E - étage intermédiaire isolé de l'étage F par une fenêtre en terphane de 50μ d'épaisseur. L'étage E est sous vide au moment de la trempe.
- F - étage intermédiaire isolé du bac de trempe par une fenêtre en terphane de 20μ . L'étage F est rempli d'argon à pression atmosphérique.
- G - bac de trempe contenant le fluide de refroidissement.
- T - thermocouple.

tillons sont réchauffés à leur température d'homogénéisation, sous vide, puis trempés à l'eau afin d'éliminer tout écrouissage du métal.

On a vérifié par diffraction des Rayons X et des électrons qu'après cette trempe, l'alliage est sous forme d'une solution solide.

a - Détermination de la dureté

Pour suivre l'évolution de la précipitation, il est intéressant de faire des mesures de dureté qui ont l'avantage d'être extrêmement simples mais présentent une certaine dispersion. D'autre part, leur interprétation est parfois difficile car elles sont sensibles à la fois aux propriétés élastiques du métal et à sa consolidation par déformation plastique. Tous nos essais furent effectués par empreinte pyramidale Vickers sous 30 kg.

b - Examen au microscope métallographique

Les échantillons subissent un polissage mécanique puis sont attaqués par différents réactifs. Ils sont alors observés au microscope métallographique. Les mêmes bains sont utilisés pour préparer les répliques d'extraction.

Réactifs	Composition	Conditions
A	3 HCl 1 NO ₃ H	Attaque directe
B	5 ml HF 10 ml glycérine 85 ml alcool éthylique	Electrolyse au Disa électropol 10 s ; 0,1 A (réactif de Gilles)
C	50 ml acide perchlorique 750 ml éthanol 140 ml H ₂ O distillée	Electrolyse au Disa électropol 120 A/dm ² 25 s

c - Examen en microscopie électronique

Après amincissement mécanique sous l'eau à la polisseuse rotative, l'ultraamincissement électrolytique a été effectué à l'aide de l'un ou de l'autre des deux bains suivants qui ont donné des résultats comparables.

- bain acide acétique - acide perchlorique (90-10) sous la tension de 15 V et à une température de 14°C. Ces conditions ont été déterminées par la méthode de Jungmann (2).

- bain éther monobutylique de l'éthylène glycol-acide perchlorique (90-6) sous la tension de 12 V, température de 16°C.

Toutes les structures de trempe et de revenu ont été étudiées aux microscopes électroniques Philips EM 200 et EM 300 sous une tension de 100 KV ou de 80 KV. Certains diagrammes de diffraction ont été obtenus à l'aide d'un diffractographe Balzers sous une tension de 50 KV. Une partie de notre travail a été fait sur répliques d'extraction. La technique employée était celle des répliques doubles nickel-carbone. Après attaque chimique, l'échantillon est placé à la cathode d'une cuve à électrolyse comportant une anode de nickel. L'électrolyte utilisé a la composition suivante :

Ni SO ₄	7 H ₂ O	85,5 g
(NH ₄) ₂ SO ₄		16,7 g
NaCl		10 g
H ₃ BO ₃		10 g
H ₂ O		1000 ml

La tension d'utilisation est comprise entre 1 et 2 volts. On dépose sous vide sur l'empreinte de nickel, un film de carbone qui est ensuite décollé par dissolution du nickel dans le brome-éthanol.

CHAPITRE I

MECANISME DE PRECIPITATION DANS UN

ALLIAGE Ni-Al AU COURS D'UN REVENU A 700 ET 638°C

I - Rappels bibliographiques

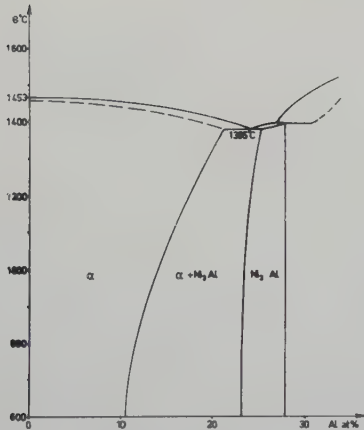


Diagramme d'état Ni-Al.
Partie riche en nickel.

Le diagramme d'équilibre Ni-Al est assez bien connu. Nous ne nous intéressons qu'à sa partie riche en nickel. Il indique, pour une composition comprise entre 10 et 23 at% Al environ, la présence de 2 phases : l'une est cubique faces centrées ; l'autre Ni_3Al cubique simple du type Cu_3Au est ordonnée à toute température.

Ces deux phases ont des paramètres cristallins qui ne diffèrent que de 0,2 % environ.

Entre 1956 et 1959, Manenc publia une série d'articles (3,4,5) sur le mécanisme de précipitation dans les alliages nickel-aluminium contenant de 5 à 10 % d'aluminium en poids. Cette étude, effectuée essentiellement par diffraction des rayons X et par microscopie électronique sur répliques d'extraction, donc sur des stades très avancés de la précipitation, l'a conduit à envisager un stade de préprécipitation. En 1963, il décrit le mécanisme de précipitation de la façon suivante (6) :

"Les atomes d'aluminium après la trempe sont répartis au hasard. Ils ont tendance à former la structure de la phase Ni_3Al . Des rassemblements locaux en forme de plaquettes apparaissent durant le revenu. Cette forme minimise les contraintes dues aux différences de volume spécifique de la nouvelle phase et de la matrice. L'enrichissement local en aluminium dans les plaquettes, se produit aux dépens de la matrice immédiatement voisine. Chaque plaquette est ainsi bordée de feuillets de matrice appauvrie. La cohérence est maintenue sur le plan de précipitation qui est un des plans (100). La distance interréticulaire est augmentée perpendiculairement à ce plan dans les plaquettes enrichies. Elle est diminuée dans la matrice appauvrie suivant la même direction. Cependant, la valeur moyenne de la distance interréticulaire reste égale à celle de la matrice sursaturée. La diffusion anormale est due à la distorsion locale introduite dans la périodicité du réseau.

Deux formes de répartition des plaquettes dans le cristal ont été imaginées : ou bien elles se disposeraient régulièrement (7), formant une alternance périodique de feuillets de matrice appauvrie et de matrice enrichie en atomes dissous, ou bien elles apparaîtraient sans corrélation de position, chaque plaquette étant bordée de deux feuillets de matrice appauvrie (8), (9). La diffraction des rayons X n'a pas encore permis de trancher

définitivement cette alternative. Elle montre avec certitude que les zones enrichies sont planes, parallèles aux plans (100) de la matrice, que les atomes y sont ordonnés, et que leur disposition préfigure la structure de la phase γ' .

L'orientation et la forme des précipités rendus visibles au microscope par des revenus de longue durée confirment ces résultats. Les traces de plaquettes sur le plan de coupe du cristal sur les micrographies correspondent aux traces des plans (100) de la matrice.

Une influence réciproque entre la matrice et le précipité subsiste longtemps après le stade de préprécipitation. Elle se traduit par la déformation des mailles. La structure cubique à faces centrées n'est pas atteinte immédiatement. Les mailles sont légèrement quadratiques."

Cette interprétation a, plus récemment, été contestée par Phillips (10). Par microscopie électronique sur lames minces, cet auteur aurait montré que la précipitation ne se fait qu'en une seule étape. La phase Ni_3Al ordonnée précipiterait dès le début sous la forme de particules cubiques distribuées au hasard dans la matrice.

Cette divergence fondamentale entre ces deux auteurs nous a incité à reprendre cette étude.

II - Etude du revenu à 638 et 700°C de l'alliage Ni-Al à 15 at% Al

a - Premier stade de la précipitation

Un vieillissement de trois minutes à 700°C provoque l'apparition d'une structure qui présente au microscope électro-

que un aspect de "peau d'orange". Les diagrammes de diffraction montrent l'existence de renforcements d'intensité dans les positions correspondant à des réflexions de surstructure d'une phase cubique simple ordonnée de type AuCu_3 .

Pour prouver de façon irréfutable cette tendance à l'ordre dès les premières minutes de revenu, nous avons fait subir à l'alliage une déformation plastique par traction de 2 % environ. Si des particules ordonnées et cohérentes sont dispersées dans la matrice de cet alliage elles peuvent être cisailées par les dislocations créées par la déformation. Ces dernières auront tendance à se déplacer par paires. On sait en effet que dans une structure ordonnée du type AuCu_3 , le passage d'une première dislocation $\frac{a}{2} [110]$ crée une paroi antiphase qui est détruite ensuite par le passage de la seconde dislocation. La force de rappel appliquée à la deuxième dislocation est d'autant plus élevée que l'énergie de la paroi d'antiphase est plus grande donc que le paramètre d'ordre est plus important. En pratique, dans un alliage donné, plus les paires de dislocations de surstructure sont serrées plus le degré d'ordre est important.

Les dislocations de surstructure se déplacent évidemment dans un même plan. Il est nécessaire de les distinguer d'un dipôle afin d'éviter toute erreur d'interprétation.

La théorie du contraste en microscopie électronique permet de montrer que l'image d'une dislocation se forme à droite ou à gauche de celle-ci selon le signe du produit $(\vec{g} \cdot \vec{b})$ et le signe de $\vec{s}$. $\vec{g}$ est le vecteur de diffraction provoquant le contraste, $\vec{b}$ le vecteur de Burgers de la dislocation et $\vec{s}$ le vecteur écart à l'interférence qui peut être contrôlé grâce aux lignes de Kikuchi. On sait qu'il faut que $\vec{g} \cdot \vec{b}$ soit différent de zéro pour que la dislocation soit visible.

Si on réalise deux images, l'une avec le vecteur $\vec{g}$, l'autre avec le vecteur $-\vec{g}$, le vecteur $\vec{s}$ étant le même dans les deux expériences, les images des deux dislocations seront simultanément du même côté dans le cas d'une dislocation de surstructure, donc l'écartement des deux images sera le même sur les deux micrographies. Par contre, une image sera à droite et l'autre à gauche de la dislocation dans le cas d'un dipôle. Leur écartement sera différent sur les deux micrographies comme le montre le schéma de la figure 5 a.

En fait, cette expérience est délicate surtout lorsque les deux dislocations sont assez rapprochées. Il faut pour la réussir utiliser un vecteur $\vec{g}$ correspondant à un faisceau peu intense (donc avec $\vec{s}$ assez grand. Condition cinématique) de telle sorte que la largeur de l'image de la dislocation soit aussi faible que possible.

Nous avons préféré utiliser une technique consistant à obtenir une image à l'aide de trois faisceaux (deux faisceaux diffractés $\vec{g}_1$ et $\vec{g}_2$ d'intensité très différente) ; on obtient donc une image double pour chaque dislocation, l'une très intense, l'autre beaucoup plus faible ; leur position relative résumée sur le schéma de la figure 5 b permet de distinguer sans ambiguïté dislocations de surstructure et dipôles.

Les micrographies de la figure 6 mettent en évidence les dislocations de surstructure qui prouvent que la ténacité à l'ordre est très marquée après trois minutes de revenu. Signalons que nous n'avons pas pu mettre en évidence de telles dislocations dans l'alliage trempé.

Après 10 minutes de revenu à 700°C, les précipités de forme cubique apparaissent très nettement en fond noir

FIGURE 5

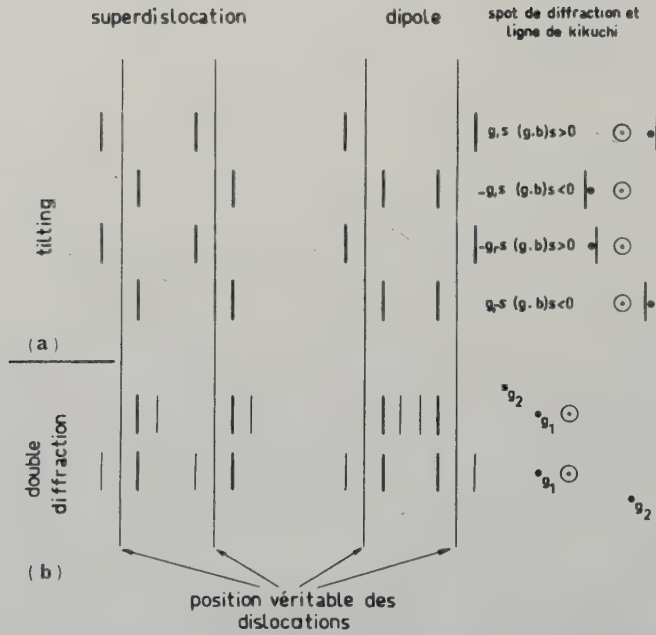


Schéma donnant la position de l'image de la superdislocation suivant les conditions de diffraction.

FIGURE 6



Dislocations de surstructure pendant les premiers stades du revenu à 700°C d'un échantillon de Ni-Al déformé par traction (2 %).

(figure 7). Ces images ont été obtenues à l'aide de réflexions de surstructure qui sont très intenses et très fines. Remarquons que les particules ont la forme de cubes. Cette observation est confirmée par la forme des taches de surstructure qui ont une symétrie parfaitement sphérique (figure 8). Si, comme le suggère Manenc, les particules avaient la forme de plaquettes, les taches de surstructure seraient allongées dans la direction du réseau réciproque normale au plan de la plaquette. Elles auraient donc, sur une coupe $(001)_m^*$, la forme de croix. Nous verrons, au cours de l'étude de l'alliage nickel, chrome, niobium (chapitre III), que cet allongement des taches est nettement visible lorsque les précipités ont effectivement la forme de minces plaquettes.

Nos expériences confirment donc le point de vue de Phillips : il n'y a pas de stade de préprécipitation comme l'avait envisagé Manenc. Chaque particule de forme cubique et peut être même sphérique au tout début de la précipitation est entourée d'une coquille de matrice appauvrie. La faible dimension des particules et des coquilles de matrice appauvrie font apparaître de chaque côté des réflexions de la matrice les "side bands" qui sont simplement des réflexions sélectives très élargies de petits cristaux de Ni_3Al et de matrice appauvrie.

b - Croissance des précipités - coalescence des particules

Après avoir vérifié par dilatométrie que toute la phase Ni_3Al est précipitée, nous avons suivi l'évolution de la taille des particules au cours de leur croissance.

Afin d'éliminer les effets de contraste dus aux contraintes de cohérence sur les images en fond clair, la mesure de la taille des particules a été effectuée en fond noir.

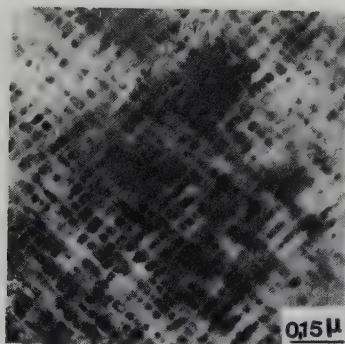


FIGURE 7

Croissance des précipités de Ni_3Al

- a - Fond clair : 15 minutes de revenu à 700°C
- b - Fond noir : 2 heures de revenu à 700°C
- c - Fond noir : 42 heures de revenu à 700°C
- d - Fond noir : 200 heures de revenu à 700°C
- e - Fond clair : 200 heures de revenu à 700°C

FIGURE 8



Microdiffraction d'un échantillon Ni-Al revenu 15 minutes à 700°C.
Coupe normale à $[001]_m$.

Signalons qu'au cours de cette coalescence les particules s'alignent dans des directions $[100]$ préférentielles (11) (12). Nous avons d'ailleurs aussi observé ce phénomène dans le cas de l'alliage nickel-chrome-niobium (chapitre III). A ce stade, en microscopie optique ou en microscopie électronique sur réplique, les précipités ont l'apparence de plaquettes. Manenc a donc fort logiquement pensé qu'ils avaient cette forme dès le début de la précipitation. En fait, il ne s'agit que d'un phénomène d'alignement qui apparaît très tard au cours de la coalescence. La distribution initiale des particules est aléatoire.

Les théories de la coalescence des particules sont dues essentiellement à Wagner (13), Lifshitz et Slyozov (14). Nous présentons en Annexe I, un résumé des fondements de cette théorie à partir d'un exposé de Michel Gantois (15).

Ardell (11) a, ces dernières années, testé expérimentalement ces théories. C'est pour juger de la validité de ces test expérimentaux que nous avons entrepris cette étude.

Ces tests peuvent se classer en deux catégories :

- une relative à la distribution de taille des particules

- une relative à la loi de croissance des particules qui est de la forme $\bar{r}^3 - \bar{r}_0^3 = Kt$ si le mécanisme de coalescence est contrôlé par la diffusion du soluté dans la matrice.

$\bar{r}$ = rayon moyen des particules au temps t

$\bar{r}_0$ = rayon moyen des particules au début de la coalescence

K = constante de vitesse.

Compte tenu de la précision des mesures que nous avons pu apprécier au cours de nos expériences, la vérification de la forme de la distribution de taille des particules nous paraissent d'un intérêt limité.

Par contre, celle de la loi de croissance est plus significative.

Pour conserver une identité de mesures dans la suite de nos calculs, nous avons tracé les histogrammes de répartition de la longueur des côtés des petits cubes précipités sur des coupes $(001)_m$ (figure 8) et pris les valeurs moyennes de ces longueurs. Quelques fois, nous avons utilisé des coupes $(011)_m$ et dans ce cas la taille des particules a été mesurée le long de la direction $[100]$.

La cinétique de croissance des particules a été étudiée à 638°C et à 700°C. Dans la figure 9 a, le log de la moitié de la longueur moyenne des côtés des cubes ($\bar{a}/2$) est reporté en fonction du log du temps t.

La relation entre $\log \bar{a}/2$ et $\log t$ est linéaire. Chacune des droites a une pente de 1/3 ce qui permet d'écrire $\bar{a}/2 = \sqrt[3]{K} t^{1/3}$, relation en accord avec la théorie de Lifshitz Wagner.

La courbe de la figure 9 b où $\bar{a}/2$ est porté en fonction de $t^{1/3}$ prouve que cette relation est bien vérifiée. Dans l'expression cinétique de la théorie de Lifshitz Wagner

$$K = \frac{2 \sigma D X_0^2 V_m}{\rho_c^2 RT} \quad \text{et comme } \rho_c \text{ est voisin de } 1,5 - 1,6 \text{ nous}$$

avons $K \simeq \frac{8 \sigma D X_0^2 V_m}{9 RT}$. Expérimentalement les valeurs de K sont obtenues en mesurant les pentes des courbes ($\bar{a}/2$) en fonction de t.

Nos mesures

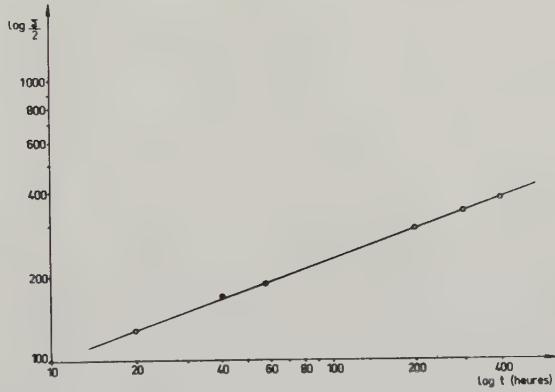
θ° C	K
700	$3,83 \cdot 10^{-23}$
638	$1,66 \cdot 10^{-24}$

Valeurs trouvées par Ardell et Nicholson sur Ni-Al 6,25 % p.Al

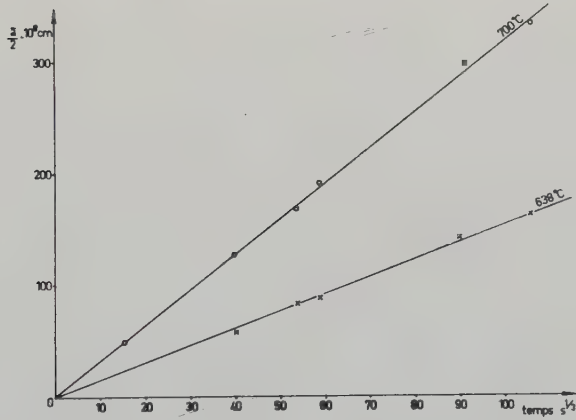
θ° C	K
715	$7,01 \cdot 10^{-23}$
750	$1,60 \cdot 10^{-22}$
775	$3,61 \cdot 10^{-22}$

En explicitant D dans l'expression de K nous obtenons

FIGURE 9



(a)



(b)

Etude de la coalescence des précipités Ni_3Al
 Courbes représentatives de la variation de $a/2$
 en fonction de t .

$$K = \frac{8 \sigma D_0 e^{-E/RT} v_m^2 \chi_\beta^a}{9 RT} \quad \text{et en passant au logarithme, nous obtenons}$$

une relation du type Arrhénius dont la forme logarithmique usuelle est $\log K = \frac{\log A}{2,3} - \frac{E}{2,3 R} \left(\frac{1}{T}\right)$. La courbe représentative $\log K$ en fonction de $\frac{1}{T}$ (figure 10) nous permet donc de déterminer une valeur de l'énergie d'activation pour le processus de coalescence en négligeant le terme faible $\log \frac{\chi_\beta^a}{T}$. Cette énergie est égale à 66 Kcal/mole.

La valeur que nous avons trouvée est en très bon accord avec celle qu'ont déterminée Ardell et Nicholson (64,6 Kcal/mole). Elle est voisine de l'énergie d'activation de la diffusion de l'aluminium dans le nickel déterminée par Swalin et Martin (16) (64 Kcal/mole).

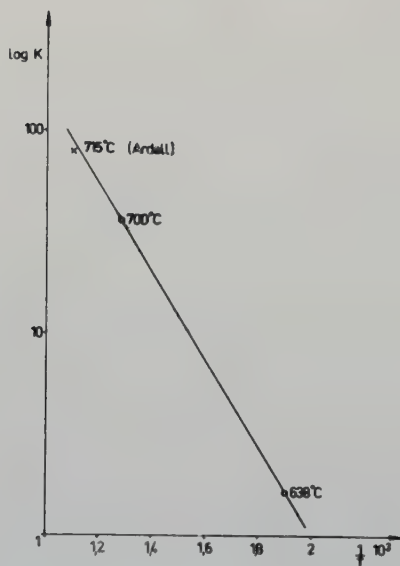


FIGURE 10

Détermination de l'énergie d'activation

Une étude de la cinétique de la coalescence a été entreprise sur des échantillons déformés par traction (2 %) après 20 heures de revenu à 700°C. La précision limitée des histogrammes de répartition ne nous a pas permis de savoir si une loi de croissance en $t^{1/3}$ est encore suivie ou si la création de courts circuits de diffusion l'a fait évoluer vers une loi de coalescence dans les joints ou les sous-joints, c'est à dire vers une cinétique en $t^{1/4}$.

III - Propriétés mécaniques

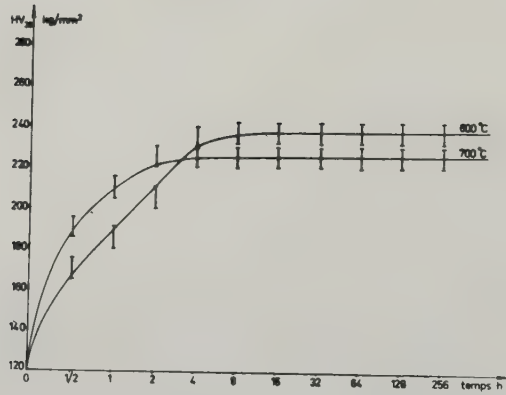
La figure 11 a présente les courbes de dureté obtenues lors du vieillissement de nos échantillons à 638°C et 700°C.

A 700°C, le maximum de dureté est atteint au bout de 2 heures lorsque les précipités ont une taille d'environ 60 Å. A 638°C, ce maximum n'est atteint qu'au bout de 4 heures du revenu avec une taille de précipités du même ordre de grandeur.

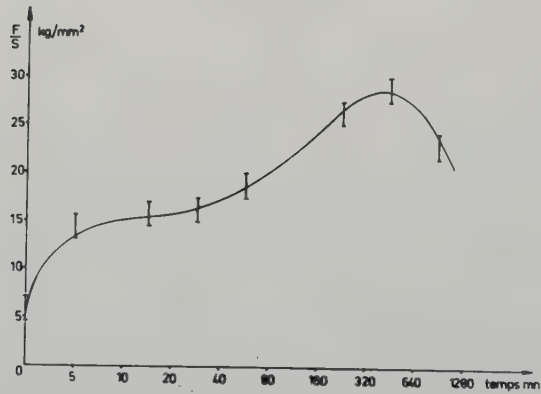
La figure 11 b représente les variations de la limite élastique d'échantillons revenus à 700°C, déterminées à l'aide de la micromachine de Chévenard sur des fils de 0,7 mm de diamètre. Cette limite élastique est maximale au bout de 7 heures de revenu. Ensuite elle décroît. Ce dernier phénomène est dû à la coalescence des particules qui s'accompagne d'un accroissement des paramètres d'écart à la cohérence avec la matrice.

La dureté est maximale lorsque les particules ont une dimension de 60 Å alors que la valeur de la limite élastique l'est, lorsqu'elles ont une dimension de 90 Å.

FIGURE 11



a - Courbes de dureté



b - Variation de la limite élastique d'un échantillon
revenu à 700°C

Propriétés mécaniques des alliages Ni-Al (15 At%) revenus à 700°C
et à 638°C

CHAPITRE II

ETUDE DU REVENU DE LA SOLUTION

SOLIDE SURSATURÉE NICKEL—NIOBIUM A 10 AT% DE NIOBIUM

I - Rappels bibliographiques

Duerden et Hume Rothery (17) ont déterminé par analyses thermiques, micrographie et diffraction des rayons X le diagramme d'équilibre nickel-niobium dont nous représentons la partie riche en nickel dans la figure 12.

La solubilité maximale du niobium dans le nickel est d'environ 12,7 at% à 1250°C. Il existe une phase intermétallique de composition Ni_3Nb dont la structure est isomorphe de celle de la phase Cu_3Ti orthorhombique ordonnée. Les paramètres de Ni_3Nb orthorhombique sont :

$$\begin{aligned} a &= 5,07 \text{ \AA} \\ b &= 4,57 \text{ \AA} \\ c &= 4,23 \text{ \AA} \end{aligned}$$

FIGURE 12

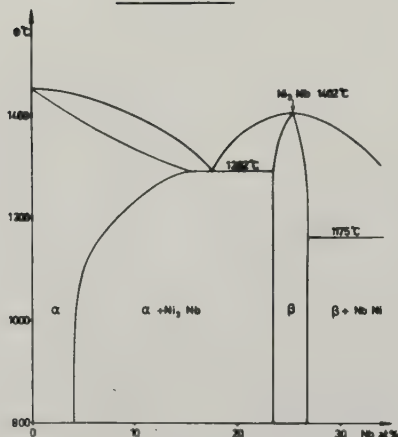


Diagramme d'état Ni-Nb

Solubilité limite de
Nb dans Ni

	At% Nb
1280°C	12,7
1220°C	9,7
1187°C	8,2
1150°C	6,7
1053°C	4,9
987°C	4,2

Remarquons qu'en dessous de 1000°C la solubilité du niobium dans le nickel est pratiquement constante. Les études du revenu des solutions solides sursaturées en niobium conservées par trempe depuis le domaine de solution solide homogène sont pratiquement inexistantes. Seuls les états d'équilibre atteints entre 700°C et 1200°C ont été étudiés. Ils sont constitués (figure 12) par un mélange de la phase intermétallique et de la solution solide limite. Aucune étude du mécanisme de la précipitation de la phase Ni_3Nb orthorhombique à partir de la matrice sursaturée trempée n'a encore été effectuée.

II - Mise en évidence de l'existence, entre 400 et 500°C d'une trans-
formation ordre-désordre dans la matrice sursaturée

Les échantillons Ni-Nb contenant 10 at% de Nb ont été homogénéisés à 1250°C puis trempés à l'eau salée à 20°C.

Si la trempe a été suffisamment énergétique, une dilatométrie isotherme effectuée entre 400 et 500°C permet de mettre en évidence une contraction. Cette contraction apparaît aussi sur une courbe dilatométrique effectuée en température croissante à condition que la vitesse de chauffage ne soit pas trop élevée. Cette contraction apparaît alors vers 400°C et disparaît au dessus de 550°C environ.

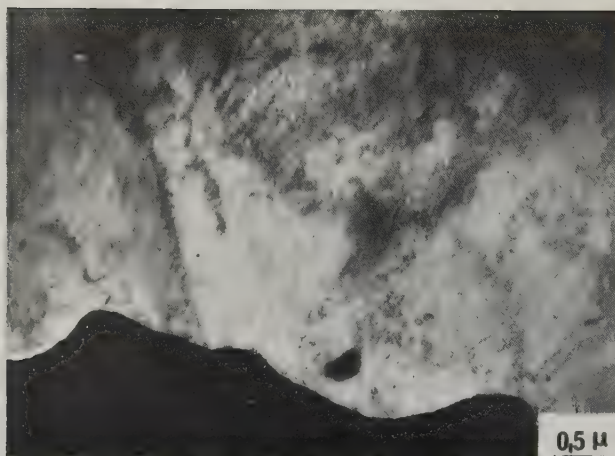
Si la trempe depuis la température de mise en solution n'a pas été suffisamment énergétique, dans le cas d'échantillon trop épais par exemple, on ne peut mettre en évidence aucune transformation dans l'alliage au cours d'un revenu à 400°C même si on le prolonge considérablement.

La transformation qui provoque la contraction de l'échantillon est donc très sensible à la vitesse de refroidissement initiale. Dans ces conditions, nous avons effectué nos traitements thermiques sur des lamelles d'alliages pour lesquelles le rapport surface/volume permet d'atteindre des vitesses de refroidissement importantes.

Après un revenu d'une dizaine d'heures à 450°C des taches supplémentaires de réflexion sélective apparaissent sur les diagrammes de diffraction et on peut alors mettre en évidence, en fond noir, de fines particules très nombreuses et très dispersées dans la matrice (figure 13). Ces particules semblent avoir la forme de sphères tant que leur taille est inférieure à 50 Å ; ensuite elles ont plutôt la forme de cubes.

L'interprétation du diagramme de micro-diffraction (figure 14) obtenu sur un alliage revenu 150 h à 450°C permet d'attribuer aux particules une structure dont le contour de la maille serait quadratique et les paramètres vaudraient $a \approx b \approx 3 a_m = 10,8 \text{ Å}$ et $c = a_m = 3,6 \text{ Å}$.

FIGURE 13



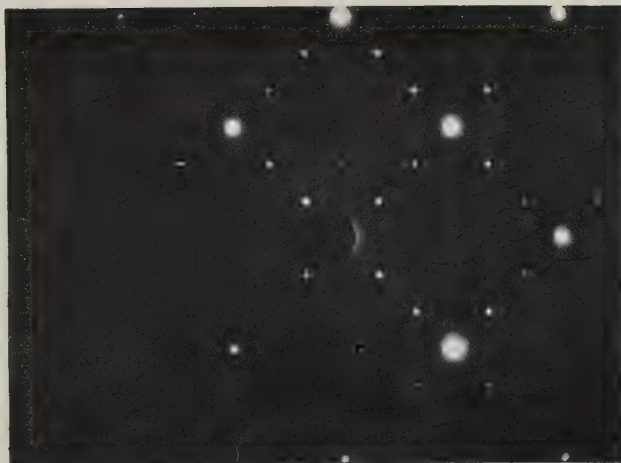
Alliage Ni-Nb 10 at.% trempé de 1250°C dans l'eau à 20°C. Revenu 50 heures à 450°C. Coupe normale à $[001]_m$. Fond noir de Bragg.

Le schéma associé à la figure 14 donne l'interprétation de l'ensemble de ce cliché. Les relations cristallographiques entre précipité et matrice sont évidemment écrites dans l'hypothèse de ce contour de la maille

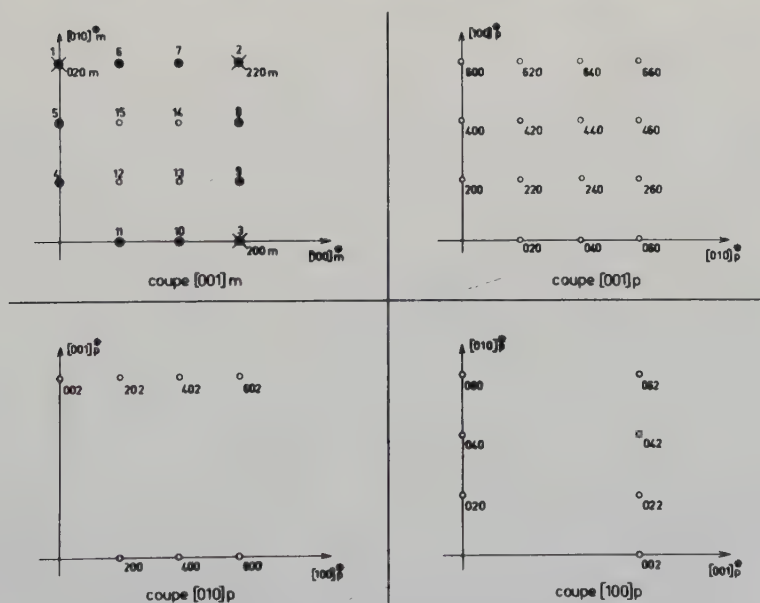
$$(001)_p // (001)_m \text{ et } [010]_p // [010]_m$$

Dans ces conditions, on peut prévoir, en symétrie quadratique, trois familles de précipités, ce qui est en accord avec les intensités des réflexions sélectives du diagramme de la figure 14. On constate en effet que les taches notées 1,2,3 sur le schéma peuvent appartenir aux trois familles de précipités. Elles sont nettement plus intenses que les taches notées de 4 à 11 qui peuvent appartenir à deux familles de précipités et que les taches notées de 12 à 15 qui ne peuvent appartenir qu'à une seule famille de précipité.

FIGURE 14



a - Alliage Ni-Nb 10 at.% trempé de 1250°C dans l'eau à 20°C.
Revenu 150 heures à 450°C. Coupe normale à $[001]_m$.



b - Schéma d'interprétation du cliché de microdiffraction a.
Coupe normale à $[001]_m$ et à $[100]_p$, $[001]_p$, $[010]_p$.

Le problème le plus compliqué est de déterminer le motif de cette maille cristalline. Etant données les valeurs des paramètres cristallins ce motif contient 36 atomes. La symétrie du contour et le nombre d'atomes sont incompatibles avec un motif qui correspondrait à une formule Ni_3Nb . Par contre, nous avons pu imaginer un motif correspondant à une composition légèrement différente Ni_7Nb_2 . Ce motif est schématisé sur la figure 15.

En fait, on constate que la maille que nous avons choisie est trop grande car le motif apparaît à faces centrées. La maille peut donc être réduite de moitié par le changement d'axe.

$$\begin{bmatrix} \frac{1}{2} & \frac{1}{2} & 0 \\ - & - & - \\ \frac{1}{2} & \frac{1}{2} & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix}$$

Elle est alors quadratique centrée.

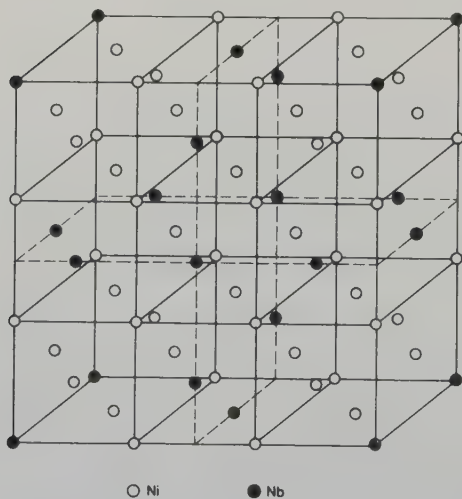


FIGURE 15

Représentation du motif Ni_7Nb_2 -
Maille double quadratique.

Cependant, compte tenu des relations d'orientation entre matrice et précipité, il apparaît plus simple de conserver la maille double dans la suite de la discussion.

Le calcul du facteur de structure permet de montrer qu'il existe deux types de réflexions sélectives :

- celles pour lesquelles $\frac{H}{3} \frac{K}{3}$ et L sont de même parité

$$F = 4 \cdot (7 f_{Ni} + 2 f_{Nb})$$

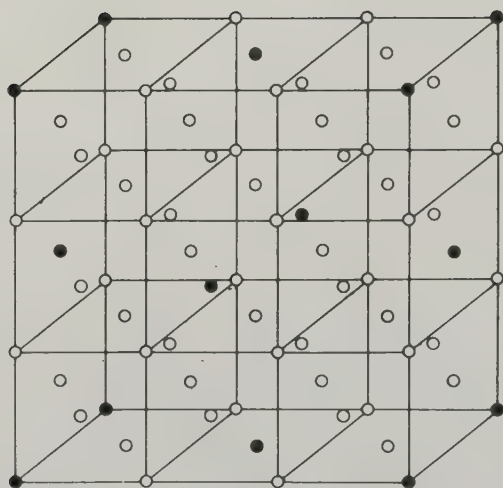
Ces réflexions qui sont indépendantes de l'état d'ordre peuvent être assimilées à des réflexions fondamentales.

- Les réflexions pour lesquelles $\frac{H}{3} \frac{K}{3}$ L sont de parités différentes pour lesquelles $F = 8 (f_{Nb} - f_{Ni})$

Ces réflexions sont des réflexions de surstructure.

L'estimation même grossière des intensités est rendue difficile par la superposition des réflexions sélectives des diverses familles de précipité et par le fait que les réflexions fondamentales peuvent appartenir à la fois à la phase ordonnée et à la matrice désordonnée. Pour cette raison, il ne nous est pas possible de choisir entre notre modèle et celui qu'ont proposé récemment Larson, Taggart et Polinis (18) dans le cas des alliages binaires nickel-tantale où apparaît une transformation analogue. Larson et coll. proposent une maille dont le motif répondrait à la formule Ni_8Ta (figure 16).

Dans ces conditions les réflexions fondamentales auraient un facteur de structure égal à $4 (8 f_{Ni} + f_{Nb})$ et les réflexions de surstructure $4 (f_{Nb} - f_{Ni})$. On voit donc que seules des mesures très précises d'intensité permettraient de choisir



○ Ni ● Nb

entre les deux modèles.

FIGURE 16

Représentation du motif Ni_8Ta d'après
Larson, Taggart et Polinis.

En fait, nous pensons que l'étude mériterait d'être poursuivie en effectuant les expériences suivantes : préparer une solution solide contenant exactement le pourcentage atomique correspondant à la formule Ni_8Nb ou Ni_8Ta (soit 11,11 at%) et la traiter longuement à 450-500°C. Si la formule proposée par Larson et coll. est correcte, l'ensemble de l'alliage doit se transformer, ce qui peut être facilement mis en évidence par microscopie électronique en fond noir. Dans ce cas, des mesures précises d'intensités pourront être effectuées par diffraction des rayons X. Par contre, si notre formule est correcte, l'alliage restera en permanence à l'état biphasé : solution solide désordonnée et phase ordonnée.

Certains faits expérimentaux conduisent à penser que cette transformation s'apparente à une transformation ordre-désordre. En particulier, nous avons remarqué que si on la chauffe vers 650-700°C, cette phase ordonnée disparaît et l'on retrouve uniquement la solution solide désordonnée sursaturée. Ce phénomène paraît curieux, car d'après le diagramme d'équilibre, l'alliage devrait être biphasé, puisque formé d'une solution solide appauvrie en niobium et de la phase intermétallique Ni_3Nb . La phase désordonnée obtenue au chauffage serait un état transitoire métastable. Si on prolonge le revenu au dessus de 650°C la phase intermétallique Ni_3Nb apparaît.

Signalons enfin, nous en reparlerons au chapitre III, que nous n'avons pas pu mettre en évidence cette phase ordonnée dans les alliages ternaires nickel-chrome-niobium et nickel-chrome-tantale.

En conclusion de ce chapitre, il nous semble que l'étude de cette nouvelle phase mérite d'être poursuivie bien que sa cinétique d'apparition soit extrêmement lente. Il serait en particulier intéressant de connaître la nature exacte de cette transformation en étudiant quantitativement les états ordonnés à grande et à courte distance.

CHAPITRE III

MECANISME DE PRECIPITATION ET DE

DEFORMATION PLASTIQUE DE DEUX ALLIAGES Ni-Cr-Nb ET Ni-Cr-Ta

I - Rappels bibliographiques

Les alliages à base nickel-chrome durcis par précipitation ont fait, au cours de ces dernières années, l'objet d'un nombre important d'études. Les plus étudiés d'entre eux contiennent comme éléments durcissants de l'aluminium et du titane. Cependant, le durcissement par le niobium et le tantale n'a pas fait l'objet de recherches très complètes parce que ces éléments sont presque toujours ajoutés en même temps que l'aluminium et le titane et ceci en trop faible quantité pour qu'ils imposent la structure des phases précipitées. C'est ainsi que s'expliquent très certainement les désaccords qui existent entre les divers auteurs au sujet de la nature des phases durcissantes.

Dans l'Inconel 718 contenant à la fois du titane, de l'aluminium et du niobium, Eiselstein (19) identifie uniquement la phase durcissante γ' , isomorphe de AuCu_3 , alors que sur des alliages de compositions voisines, Baturiskaya et Cherny (20) signalent la

phase Ni_3Nb orthorhombique. Weiner et Irani (21) étudiant des austénites contenant du niobium et du tantale mettent en évidence la phase durcissante γ' mais suggèrent la présence d'une phase Ni_3Ta orthorhombique sous la forme d'une fine dispersion. B.G. Livchitz et V.B. Osvenkiz (22) n'ont pas décelé la phase Ni_3Nb orthorhombique dans un alliage Ni-Cr à 8 at% de Nb.

De plus récents travaux (23, 24,25) effectués par diffraction des rayons X et des électrons sur des Inconels 718 ont montré que la phase durcissante n'est pas γ' mais une phase quadratique centrée isomorphe de Al_3Ti .

L'ensemble de ces résultats nous a paru suffisamment contradictoire pour que nous entreprenions l'étude du mécanisme de la précipitation dans les alliages ternaires purs nickel-chrome-niobium et nickel-chrome-tantale.

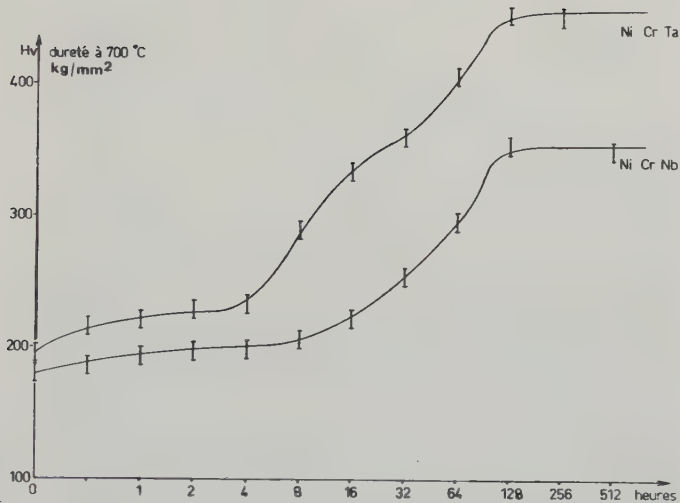
II - Revenu à 700°C d'alliages à 8 et 10 at.% de niobium ou de tantale

A - Evolution de la dureté

La figure 17 présente les courbes de variations de la dureté avec la durée du revenu à 700°C pour les alliages nickel-chrome-niobium et nickel-chrome-tantale (8 atome% de Nb ou Ta).

Les mesures de dureté ont été effectuées à la température ambiante. Les courbes montrent l'existence d'une période d'incubation dont l'importance est liée à la faible sursaturation de l'alliage. On constate, d'autre part, qu'à tous les stades de la précipitation, le durcissement par le tantale est nettement plus important que le durcissement par le niobium à concentrations atomiques égales.

FIGURE 17



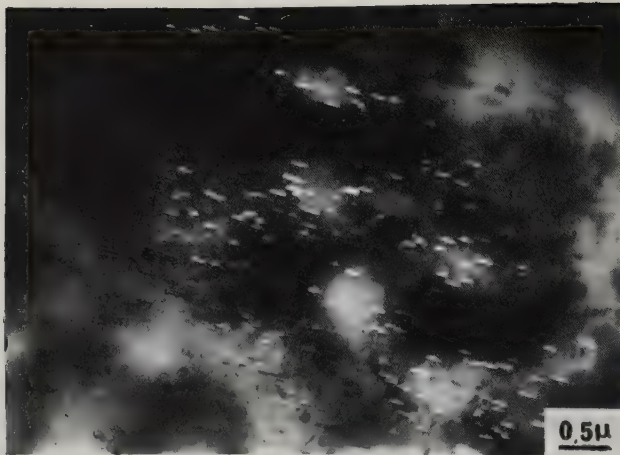
Courbes de dureté des alliages Ni-Cr-Nb (8 %) et Ni-Cr-Ta (8 %) trempés de 1250°C dans l'eau à 20°C et revenu à 700°C.

B - Morphologie et structure des précipités métastables

L'observation au microscope électronique prouve qu'aucun précipité n'apparaît dans l'alliage pendant la période d'incubation. Cependant, après 5 heures de revenu, l'examen en fond noir de Bragg met en évidence de fines plaquettes qui sont à la fois relativement rares et dispersées (figure 18).

A cette température, la précipitation semble s'effectuer préférentiellement sur les défauts du réseau. La micrographie de la figure 19 montre, par exemple, que les précipités apparaissent préférentiellement sur un ancien sous joint.

FIGURE 18



Alliage Ni-Cr-Nb. Revenu 5 h à 700°C. Début de la précipitation de la phase quadratique. Micrographie en fond noir.

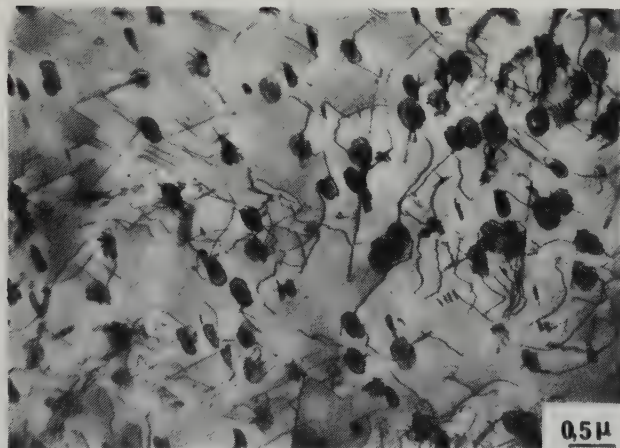
FIGURE 19



Alliage Ni-Cr-Nb. Revenu 5 h à 700°C. Précipité quadratique apparu préférentiellement sur un ancien sous-joint. Deux familles de plaquettes seulement ont précipité dans la matrice déformée plastiquement.

Lorsque l'alliage a été déformé par laminage avant le revenu, les précipités apparaissent de préférence dans les bandes de glissement. Dans chacune d'elles, on observe deux familles de plaquettes de précipité dont les directions de plus faible épaisseur sont orthogonales. Cependant, pour certaines coupes, par exemple pour la coupe perpendiculaire à $[001]_m$ de la figure 20 ; on observe une seule famille de précipités.

FIGURE 20



Alliage Ni-Cr-Ta revenu 50 h à 700°C déformé par laminage.
Une seule famille de précipité est visible.

Si l'alliage n'a pas subi de déformation préalable, les plaquettes de précipité apparaissent dans trois directions cristallographiques de la matrice (figure 21 a). Nous donnerons ultérieurement une interprétation de ce fait. Le cliché de micro-diffraction 21 b effectué, pour un alliage revenu 50 heures à 700°C, sur une coupe normale à l'axe $[001]_m$ de la matrice, présente de nombreuses taches de réflexion sélective du précipité. Les positions de ces taches ne peuvent s'interpréter qu'en attribuant au précipité une maille quadratique de paramètres cristallins $a = 3,57 \text{ \AA}$ et $c = 7,39 \text{ \AA}$. Le fait que certaines taches sont équiaxes, d'autres allongées parallèlement soit à $[100]_m^*$ soit à $[010]_m^*$ montre que le précipité se trouve sous la forme de plaquettes orientées par rapport à la matrice.

Le schéma c donne l'interprétation quantitative de l'ensemble du cliché et conduit aux relations d'orientations entre précipité et matrice :

$$(001)_{pq} // (001)_m \text{ et } [010]_{pq} // [010]_m$$

Ce qui, compte tenu de la symétrie quadratique, permet de prévoir trois familles d'orientation pour le précipité. L'enchevêtrement de ces trois types de précipité, que l'on observe sur la micrographie a de la figure 21 prise en fond clair, est résolu en fond noir de Bragg en trois familles d'orientations différentes (micrographies d, e, f).

Le précipité se trouve sous la forme de plaquettes perpendiculaires aux directions $[100]_m$ pour lesquelles, comme l'indique Nabarro (27), le module élastique de la matrice est le plus faible. La direction de plus faible épaisseur de ces plaquettes est $[001]_{pq}$, ce qui explique l'allongement des taches de réflexion sélective. La valeur de cet allongement permet d'estimer que l'épaisseur des plaquettes est comprise entre 25 et 50 $\text{\AA}$.

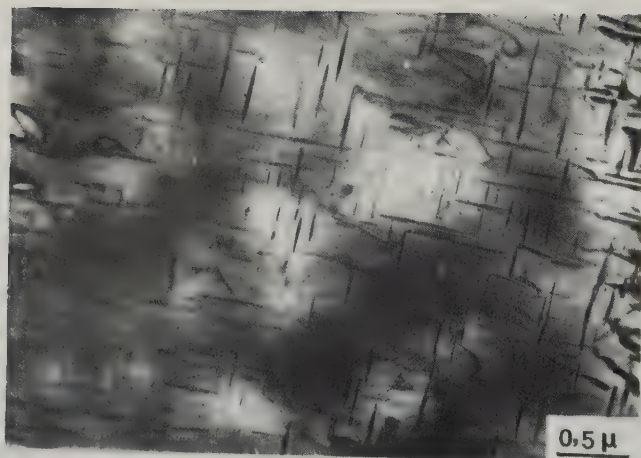
Il est important d'indiquer que les très nombreux clichés de microdiffraction que nous avons obtenus s'interprètent tous parfaitement à l'aide de la maille quadratique. Un cliché effectué sur une coupe normale à l'axe $[221]_m$ de la matrice correspond à trois coupes du réseau réciproque du précipité quadratique, comme le montre le schéma d'interprétation de la figure 22.

Cependant lorsque les taches très intenses de la matrice ne sont pas séparées de certaines taches du précipité, on pourrait interpréter certaines coupes et, en particulier, les coupes normales à $[110]_m$ ou $[111]_m$ à l'aide d'une maille cubique de type AuCu_3 comme l'a fait vraisemblablement Eiselstein (19). D'autres s'interprètent au contraire avec notre maille quadratique et d'autres avec une maille orthorhombique. C'est ainsi que les diagrammes correspondant à une coupe $[\bar{1}23]_m$ peuvent s'interpréter aussi bien comme la coupe $[3\bar{1}\bar{1}]_{pq}$ d'une structure quadratique que comme la coupe $[2\bar{2}\bar{1}]_{po}$ d'une structure orthorhombique (figure 23). Cette ambiguïté d'interprétation, relativement fréquente, explique vraisemblablement les divergences entre les différents auteurs.

Les paramètres de la maille quadratique centrée du précipité ont été mesurés de façon assez précise au diffractographe à électrons (figure 24) et nous avons obtenu $a = 3,569 \text{ \AA}$ et $c = 7,392 \text{ \AA}$ avec $\frac{c}{a} = 2,071$. Le paramètre de la matrice est $a = 3,568 \text{ \AA}$.

On constate que le paramètre d'écart à la cohérence parfaite $\frac{\Delta d}{d}$ (pour un revenu de 50 heures) dans les directions $[100]_{pq}$ et $[010]_{pq}$ du précipité est pratiquement négligeable, alors que dans la direction $[001]_{pq}$ il est de 3 % environ. La cohérence est donc beaucoup moins bien réalisée dans la direction $[001]_{pq}$ ce qui explique la faible épaisseur des plaquettes dans cette direction. Les plaquettes se développent dans les

FIGURE 21



a



b

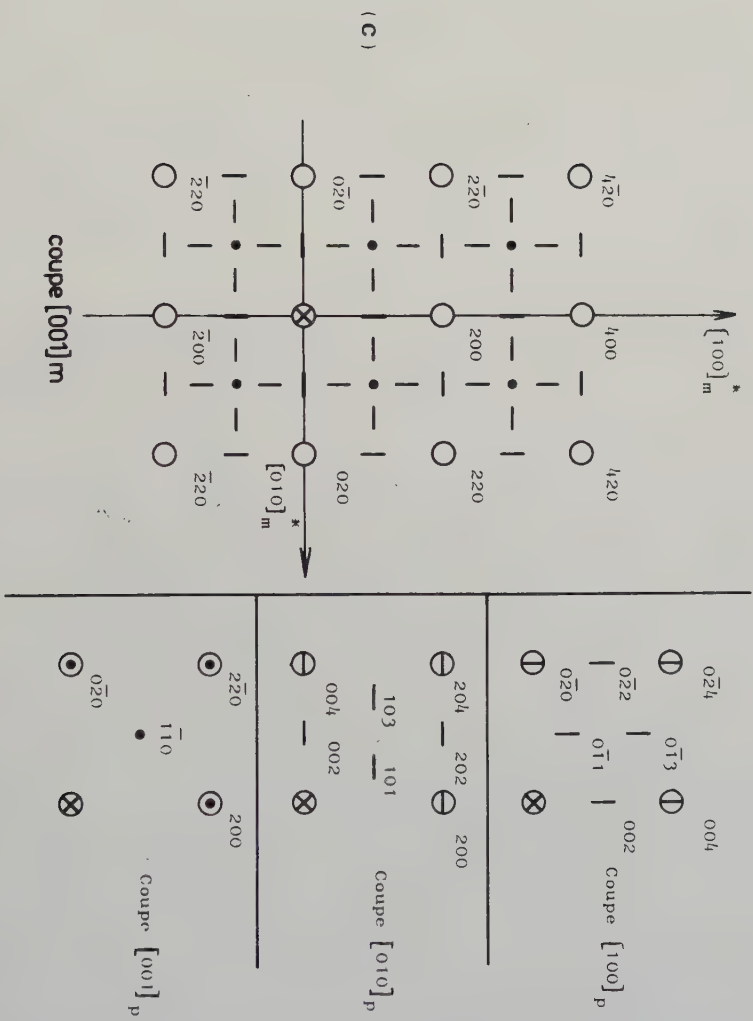


FIGURE 22

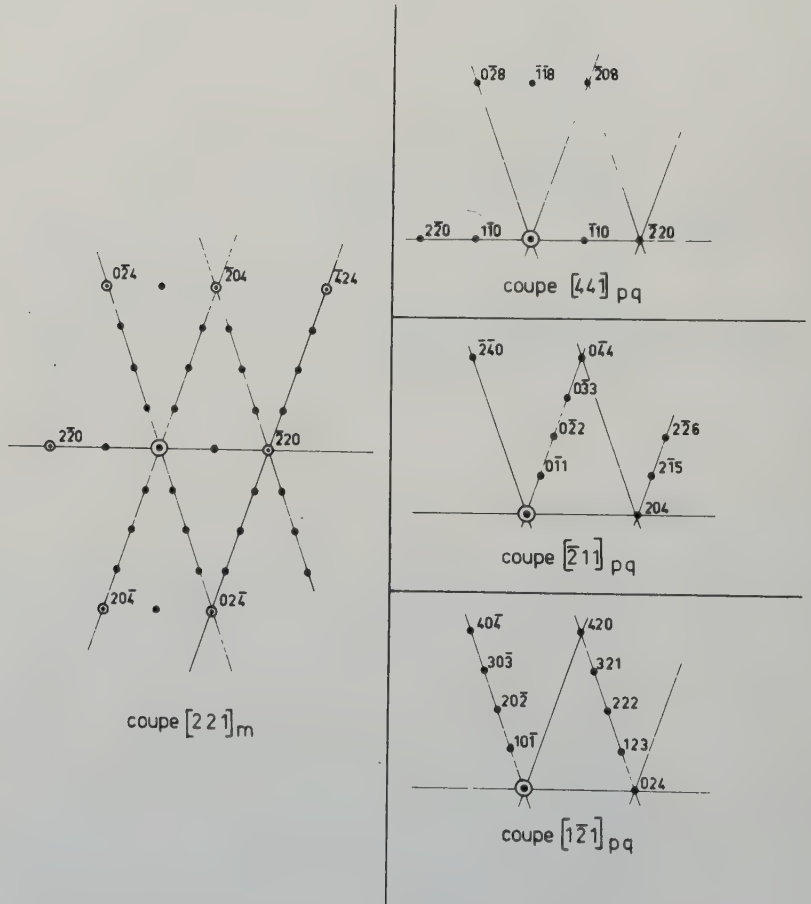


Schéma d'interprétation d'un cliché de microdiffraction obtenu sur l'alliage à 8 at% de Nb revenu 50 h à 700°C. Coupe normale à $[2\bar{2}1]_m$. Superposition des trois coupes de précipité quadratique $[4\bar{4}1]_{pq}$, $[\bar{2}11]_{pq}$, $[\bar{1}\bar{2}1]_{pq}$.

FIGURE 23

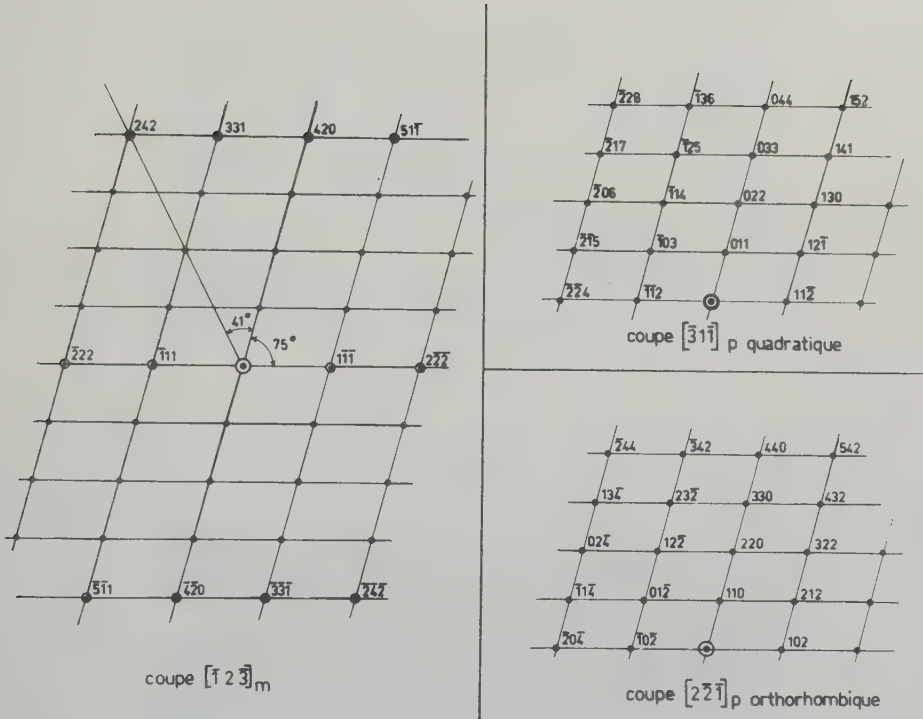


Schéma d'interprétation d'un cliché de microdiffraction obtenu sur l'alliage identique aux cas précédents (21, 22). Coupe normale à $[\bar{1}\ 2\ \bar{3}]_m$. Les taches du précipité peuvent s'interpréter à l'aide d'une coupe $[\bar{3}\ 1\ \bar{1}]_{pq}$ dans l'hypothèse d'une structure quadratique et $[2\ \bar{2}\ \bar{1}]_{po}$ dans l'hypothèse d'une structure orthorhombique.

FIGURE 24



Cliche de microdiffraction des electrons : tension d'accélération 50 kV ; coupe normale à $[010]_m$ de la matrice et à $[010]_p$ du précipité. Les taches diffuses appartiennent à la matrice m, les taches très fines au précipité p.

FIGURE 25



Alliages Ni-Cr-Ta, revenu 50 h à 700°C. Les taches fondamentales du précipité et celles de la matrice sont nettement séparées, coupe $[001]_m$.

directions $[100]_m$ et $[010]_m$ dans lesquelles l'énergie de contrainte est de beaucoup la plus faible plutôt que dans la direction $[001]_m$ dans laquelle cette énergie est élevée. Cet écart de 3% se traduit par une séparation des taches fondamentales du précipité et des taches de la matrice qui est particulièrement visible sur la figure 25.

Le défaut de cohérence le plus grand est localisé dans une direction $[100]_m$ de la matrice cubique à faces centrées. Il en résulte qu'une dislocation de vecteur de Burgers $\frac{a}{2} [110]_m$ peut accommoder partiellement ce défaut pour les deux familles de précipités dont les directions $[001]_{pq}$ sont parallèles aux directions $[100]_m$ et $[010]_m$. C'est pour cette raison qu'on observe dans les bandes de glissements de la matrice initialement déformée deux et non pas trois familles de précipités.

Le mécanisme de la précipitation dans les alliages Ni-Cr-Ta est identique. La structure des précipités est la même. Seule leur morphologie semble être légèrement différente au début de la précipitation. Ils se présentent en effet sous forme de disques minces dans la direction $[001]_{pq}$.

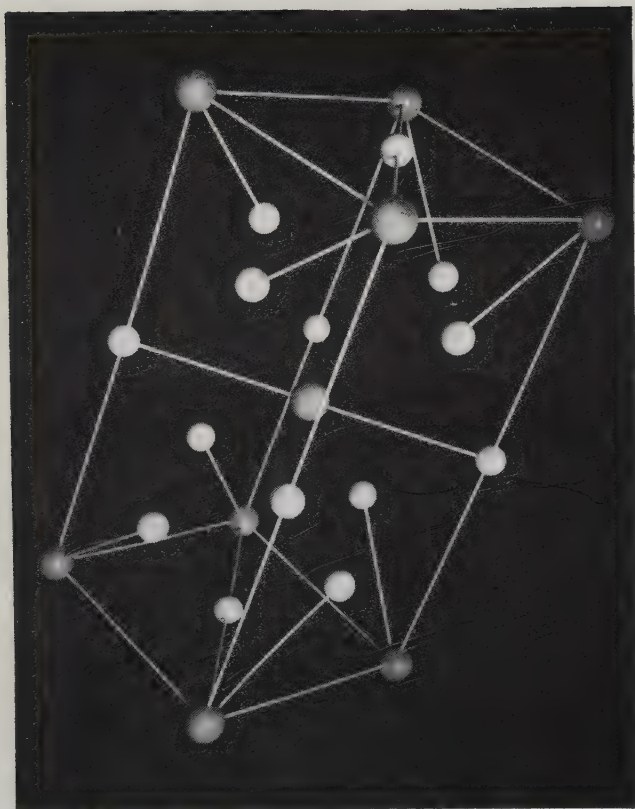
Structure du précipité quadratique

Les relations d'orientation entre le précipité et la matrice, les conditions de cohérence $a_p \simeq a_m$ et $c_p \simeq 2 a_m$, les extinctions spécifiques du mode I du réseau, le fait que les réflexions h, k, l , les plus intenses sont celles pour lesquelles h, k , et $\frac{l}{2}$ sont de même parité conduisent à envisager le motif cristallin suivant :

Nb :	000	$\frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2}$	
Ni :	$\frac{1}{2} \frac{1}{2} 0$	$0 \frac{1}{2} \frac{1}{4}$	$\frac{1}{2} 0 \frac{1}{4}$
	$0 0 \frac{1}{2}$	$\frac{1}{2} 0 \frac{1}{4}$	$0 \frac{1}{2} \frac{3}{4}$

Cette maille quadratique de paramètre $a = 3,57 \text{ \AA}$ et $c = 7,39 \text{ \AA}$ (figure 26) est du type DO_{22} du Strukturbericht, sa structure est identique à celle de Al_3Ti . Le facteur de structure des réflexions pour lesquelles $h, k, \frac{l}{2}$ sont de même parité est $F_{hkl} = 2 f_{Nb} + 6 f_{Ni}$. Ces réflexions, dont l'intensité est indépendante de l'ordre, sont des réflexions fondamentales. Toutes les autres réflexions sélectives sont des réflexions de surstructure pour lesquelles $F_{hkl} = 2 (f_{Nb} - f_{Ni})$.

FIGURE 26



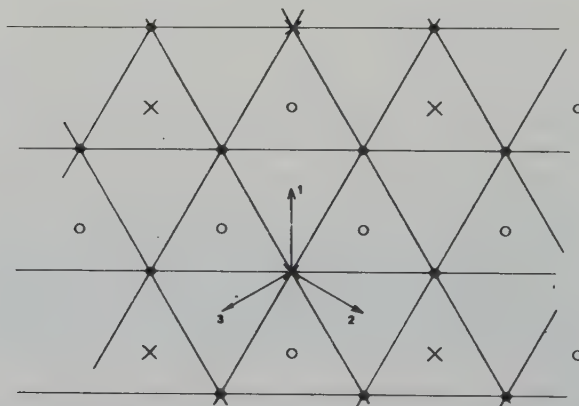
Représentation de la maille Ni_3Nb quadratique. Les boules grises représentent les atomes de Nb.³ Les boules blanches, plus petites, les atomes de Ni.

Structure des plans $(112)_{pq}$ - Fautes d'empilement (28)

Les plans $(112)_{pq}$ sont des plans denses de la maille quadratique DO_{22} . Leur empilement compact s'effectue suivant une séquence ABC (ou ABC DEF si on tient compte de la différence de nature des atomes). Le schéma de la figure 27 donne la structure des plans denses. Les directions $[\bar{1}10]$, $[201]$ et $[0\bar{2}1]$ sont à 60° les unes des autres ; la succession des rangées est du type I, II : dans la direction I un atome de Ni est voisin d'un atome de Nb ; dans la direction II un atome de Ni est voisin d'un atome de Ni.

Les micrographies électroniques du précipité dont les axes $[001]_q$ sont sensiblement parallèles aux faisceaux d'électrons révèlent l'existence de fautes d'empilement (figure 28).

FIGURE 27



Structure des plans $(112)_{pq}$. Empilement compact ABC-ABC. Directions $[\bar{1}10]$, $[201]$, $[0\bar{2}1]$ à 60° les unes des autres

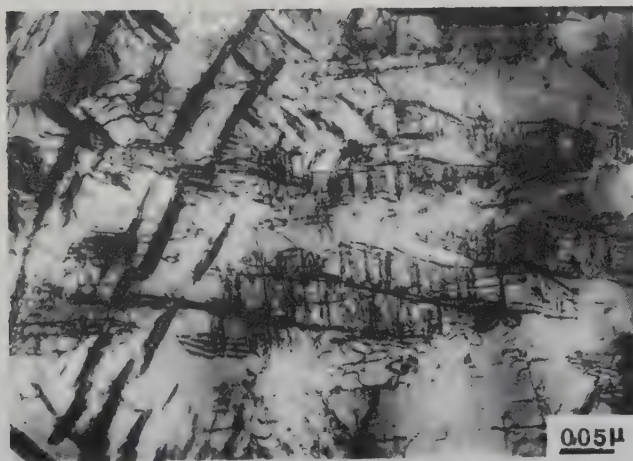
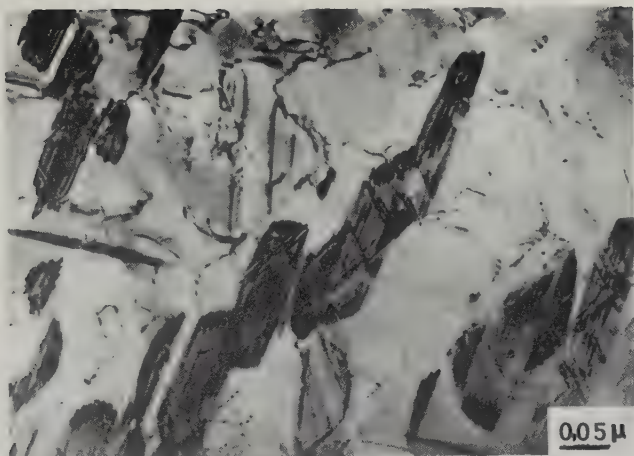
O : atomes de nickel

X : atomes de niobium

Les sites vacants sont du type C de la succession ABC-ABC.

Vecteurs (1) : $\frac{1}{6} [\bar{1}1\bar{1}]$; (2) : $\frac{1}{12} [\bar{4}21]$; (3) : $\frac{1}{12} [2\bar{4}1]$

FIGURE 28



Coupes normales à $[001]_{pq}$. Fautes d'empilement parallèles aux plans $(112)_{pq}$

La configuration atomique de ces plans conduit à envisager trois vecteurs de faute possibles pour une faute intrinsèque (1) $\frac{1}{6} [11\bar{1}]$, (2) $\frac{1}{12} [\bar{4}21]$, (3) $\frac{1}{12} [2\bar{4}1]$. On remarque que seul le vecteur de faute $\frac{1}{6} [11\bar{1}]$ ne détruit pas l'ordre à grande distance car chaque atome reste entouré d'atomes identiques à ceux de sa première position. La théorie du contraste en microscopie électronique permet de montrer qu'il est théoriquement possible de distinguer ces trois vecteurs fautes. En effet, le calcul cinématique effectué dans l'approximation de la colonne montre qu'une faute d'empilement est visible chaque fois que le déphasage $\alpha = 2\pi \vec{g} \cdot \vec{\Delta r}$ introduit par la faute d'empilement est différent d'un multiple de 2π

$\vec{g}$ est le vecteur de diffraction provoquant le contraste

$\vec{\Delta r}$ est le vecteur de faute associé au défaut d'empilement

Dans ce cas, si le défaut d'empilement est incliné par rapport aux faces de la lame mince, il est visible sous la forme d'un système de franges (figure 28).

Nous avons vu que les trois vecteurs de faute se distinguent par le fait que deux détruisent l'ordre à grande distance alors que le troisième ne le détruit pas.

Le tableau des valeurs de α montre que ce déphasage n'est différent pour les diverses fautes que lorsque le vecteur $\vec{g}$ de diffraction est sensible à l'ordre à grande distance, c'est à dire lorsque $\vec{g}$ correspond à une réflexion de surstructure pour laquelle h , k , $\frac{1}{2}$ sont de parités différentes.

Lorsque la condition de Bragg est satisfaite la distance entre les franges est égale à la distance d'extinction

$$\tau_{\vec{g}} = \frac{\pi V \cos \theta}{\lambda F_g}$$

Pour qu'une frange soit visible, il faut donc que la lame ou la plaquette de précipité qui contient le défaut ait une épaisseur au moins égale à la distance d'extinction.

Nous avons fait le calcul de ces distances d'extinction et nous obtenons par exemple $\tau_{\vec{g}} = 340 \text{ Å}$ pour la réflexion fondamentale (004) et $\tau_{\vec{g}} = 2800 \text{ Å}$ pour la réflexion de surstructure (002).

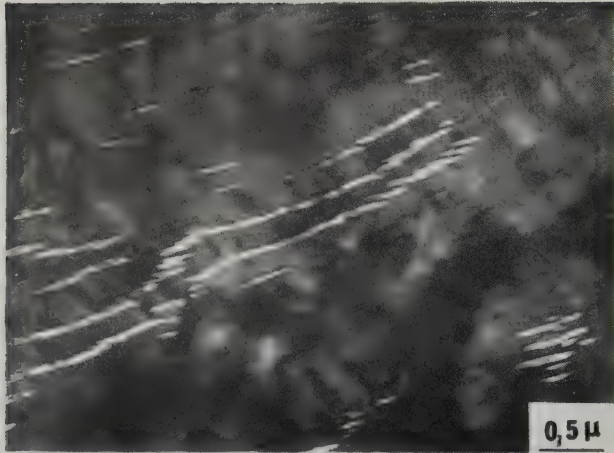
Les plaquettes de précipités ont en fait une épaisseur inférieure à 500 Å . Les réflexions de surstructure qui correspondent donc à des distances d'extinction très supérieures à l'épaisseur des précipités ne permettent pas de contraster donc de distinguer les fautes d'empilement. Cette propriété reste vraie même si on envisage l'existence d'interactions. Les systèmes de franges visibles sur la figure 28, sont dûes à des réflexions fondamentales insensibles à la nature du vecteur de faute.

C - Morphologie et structure des précipités d'équilibre Mécanisme de la transformation (28)

Si on prolonge la durée du revenu, les précipités quadratiques ont tendance à s'aligner (figure 29) en orientant leurs faces (001)_{pq} perpendiculairement à une même direction $[100]_m$ de la matrice. Ce phénomène déjà observé par Nicholson (10) sur les alliages nickel-aluminium a été attribué à la présence de contraintes de déformation et suivant un modèle d'Eshelby (29), à la différence de valeur du module élastique dans le précipité et dans la matrice.

Par redissolution progressive, ces précipités disparaissent au profit d'un précipité orthorhombique Po de type Doa du Strukturbericht et de paramètre $a = 5,16 \text{ Å}$, $b = 4,25 \text{ Å}$ et $c = 4,55 \text{ Å}$ (figure 30). Ce précipité se présente sous la forme de longues lamelles (figure 31) toutes parallèles dans une région déterminée du grain. Cette structure est analogue à la structure de la perlite.

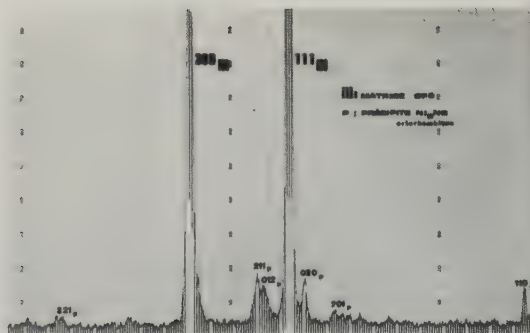
FIGURE 29





Précipités Ni_3Nb . Revenu de 90 h à 700°C . Alignement des précipités dans une direction $[100]_m$.

FIGURE 30



Diffractogramme de l'alliage Ni-Cr-Nb (8 at%) revenu 350 heures à 700°C. Présence des raies caractéristiques de Ni_3Nb orthorhombique.

FIGURE 31



Lamelles de précipité orthorhombique Ni_3Nb . Revenu 350 h à 700°C.

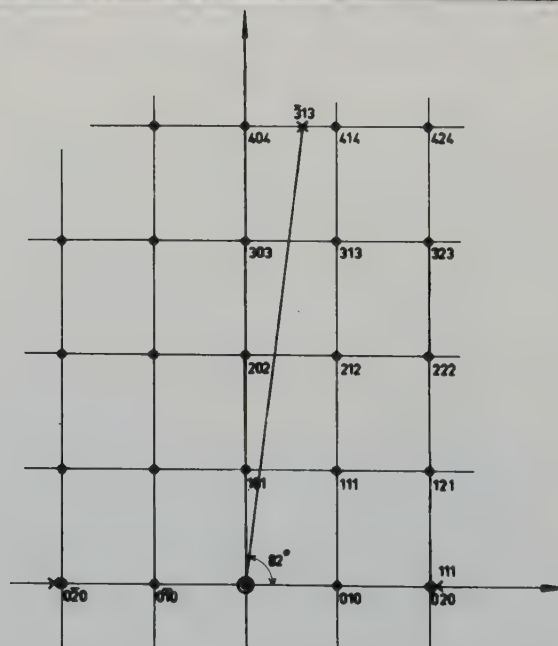
L'interprétation de tous les clichés de microdiffraction (figure 32) conduit aux relations d'orientations entre précipité et matrice

$$(100)_{po} // (\bar{1}10)_m \text{ et } [010]_{po} // [111]_m.$$

L'orientation par rapport à la matrice des plans les plus denses des précipités s'est conservée. Les plans $(010)_{po}$ ont la même configuration que les plans $(112)_{pq}$ du précipité quadratique. Cependant ils se répètent suivant la séquence AB. Il est donc tout à fait vraisemblable que les fautes d'empilement du précipité quadratique servent de germes au précipité orthorhombique.

Nous avons pu montrer l'influence des fautes d'empilement sur la cinétique de formation des précipités orthorhombiques en déformant par traction des échantillons revenus 20 heures à 700°C. Cette déformation plastique augmente le nombre de fautes d'empilement. On s'aperçoit alors que la transformation du précipité quadratique en phase orthorhombique est considérablement accélérée. En effet, la phase orthorhombique apparaît au bout de 50 heures au lieu des 100 heures nécessaires dans le cas de l'alliage non déformé (figure 34).

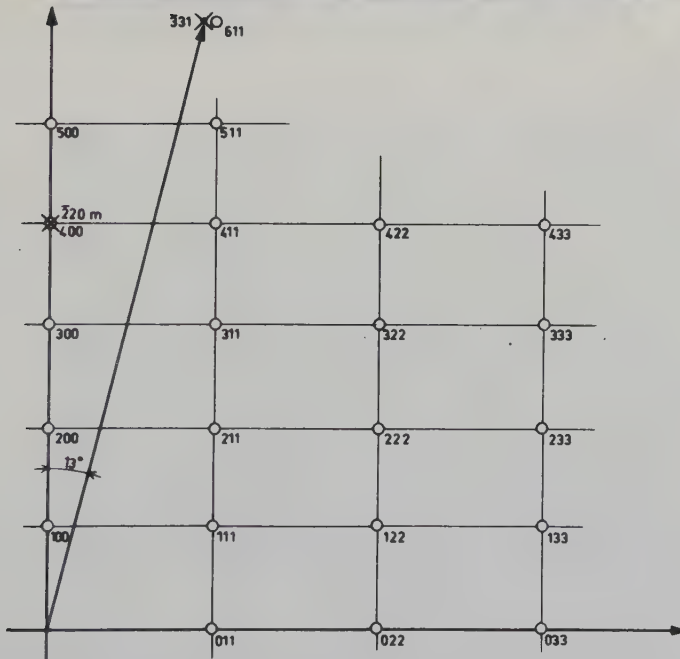
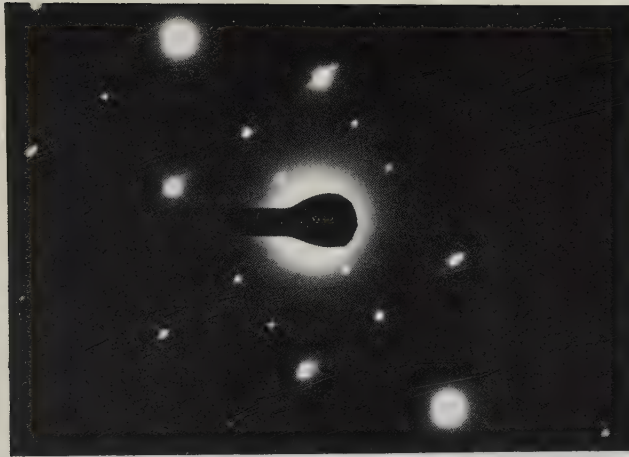
FIGURE 32



Microdiffraction : tension d'accélération 100 KV. Revenu 350 h à 700°C . Coupe normale à $[\bar{1}\bar{1}2]_m$ de la matrice.

Relation d'orientation : $(111)_m // (010)_p$

b



Microdiffraction : tension d'accélération 100 KV. Revenu 350 h à 700°C . Coupe normale à $[110]_m$ de la matrice.

Relation d'orientation : $(100)_p // (\bar{1}10)_m$.


$$(\bar{1}10)_m / A(100)_{po}$$

$$(111)_m // (010)_{po}$$

$$(001)_{po} // (\bar{1}\bar{1}2)_m$$

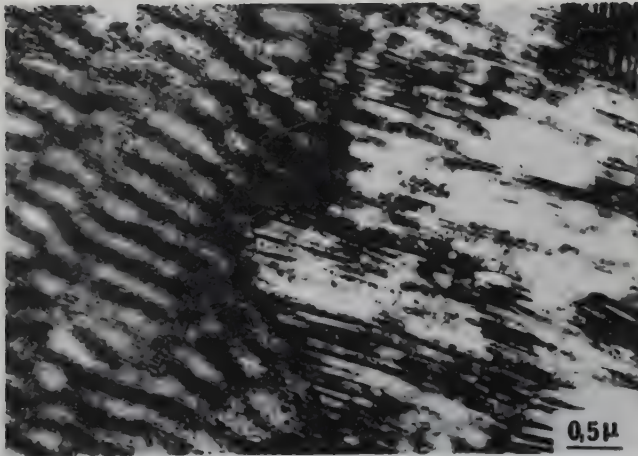
$$(110)_{\text{po}} // (021)_{\text{m}}$$

64

FIGURE 34



a



b

Echantillons revenus 20 heures à 700°C puis déformés à froid par traction

a - Alignement des précipités quadratiques après 30 heures de revenu à 700°C

b - précipités orthorhombiques après 50 heures de revenu à 700°C.

Structure cristallographique de la phase orthorhombique

La maille orthorhombique Ni_3Nb est du type Cu_3Ti (Pmmn). Elle possède 8 atomes par maille (figure 35).

Les coordonnées des atomes sont :

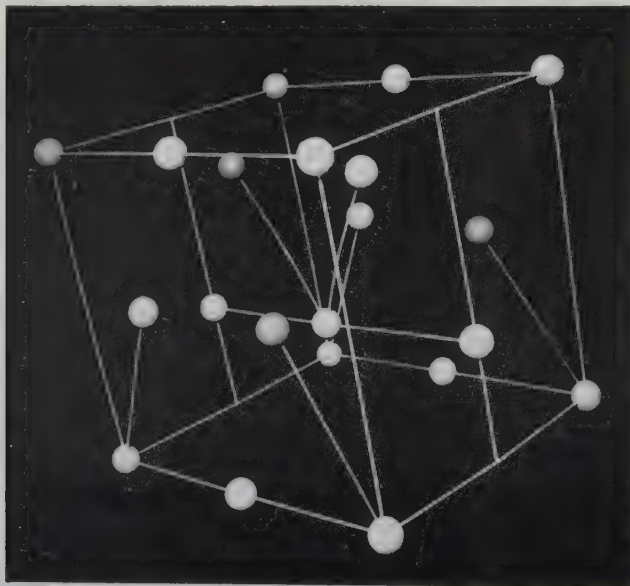
$$\text{Nb} : \quad \frac{2}{4} \quad \frac{1}{2} \quad \frac{5}{6} \quad \quad \frac{1}{4} \quad 0 \quad \frac{1}{2}$$

$$\text{Ni} : \quad 0 \quad 0 \quad 0 \quad \quad \frac{1}{2} \quad 0 \quad 0 \quad \quad \frac{1}{2} \quad \frac{1}{2} \quad \frac{1}{3}$$

$$\quad \quad 0 \quad \frac{1}{2} \quad \frac{1}{3} \quad \quad \frac{3}{4} \quad 0 \quad \frac{1}{2} \quad \quad \frac{1}{4} \quad \frac{1}{2} \quad \frac{5}{6}$$

Le volume de cette maille, sensiblement égal à $98 \text{ \AA}^3$, est très voisin de celui de la maille quadratique du précipité métastable.

FIGURE 35



Représentation de la maille Ni_3Nb orthorhombique. Les boules grises représentent les atomes de niobium. Les boules blanches les atomes de nickel.

Cette maille orthorhombique a, b, c peut être décrite comme une maille pseudo-hexagonale compacte d'axes A, B, C.

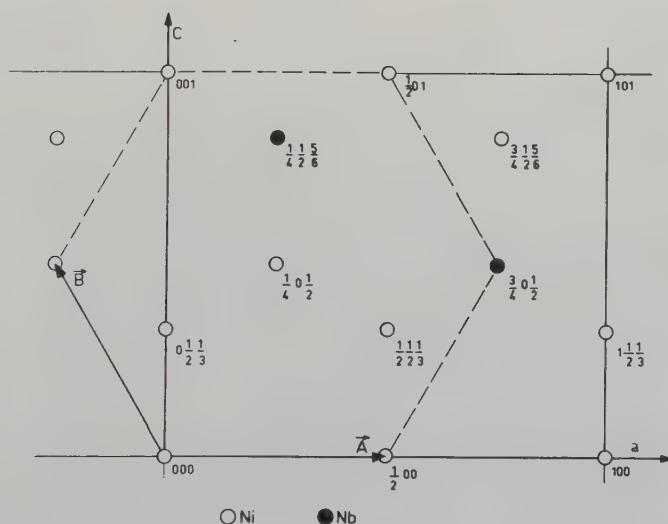
La matrice de changement d'axes est :

$$\text{HEX} = [M \mid \text{ORTHO}]$$

$$M = \begin{bmatrix} 2 & 0 & 0 \\ \overline{1} & 0 & 2 \\ 0 & 4 & 0 \end{bmatrix}$$

La figure 36 représente la projection de cette maille sur le plan (010) orthorhombique.

FIGURE 36

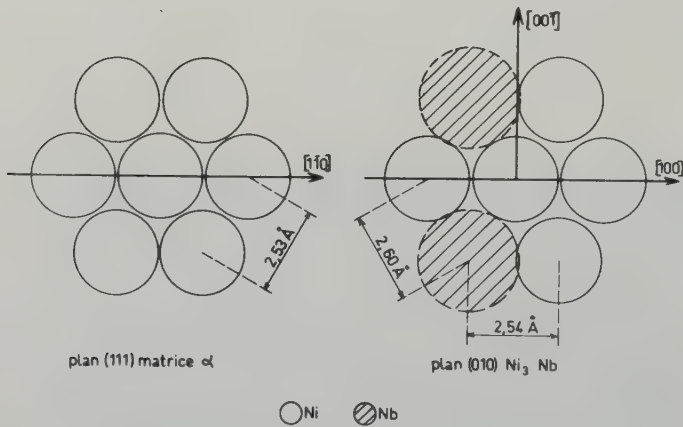


Projection de la maille pseudo-hexagonale sur le plan (010)_{po}.

Défaut de cohérence dans l'interface $(111)_m // (010)_{po}$

La figure 37 reproduit la configuration atomique des plans $(111)_m$ de la matrice et $(010)_{po}$ de Ni_3Nb orthorhombique. Ces deux plans possèdent des configurations géométriques très voisines. Le plan d'accrolement parallèle aux plans de densité maximale de la matrice et du précipité $(010)_{po} // (111)_m$ correspond au défaut de cohérence le plus faible.

FIGURE 37



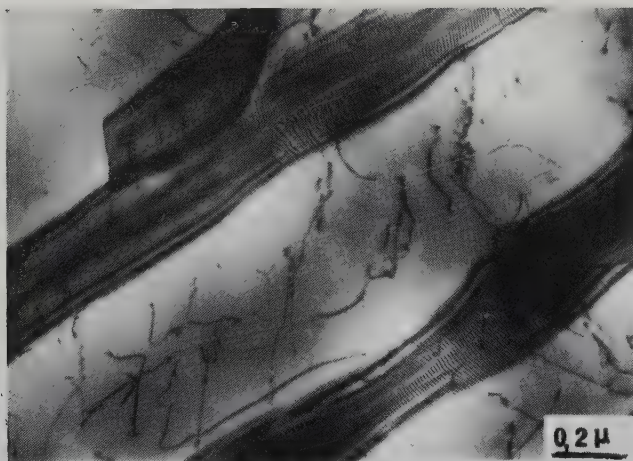
Configuration atomique des plans d'accrolement.

Ce défaut peut être mesuré dans les directions $[100]_{po}$ et $[\bar{1}10]_m$ de ces plans grâce à une image de moiré parallèle (figure 38). Si l'on appelle $\Delta = \frac{d_1 - d_2}{d_1}$ le paramètre d'écart à la cohérence (d_1 distance réticulaire¹ des plans $(200)_{po}$ et d_2 distance réticulaire des plans $(220)_m$ ayant provoqué le moiré parallèle) et D l'interfrange du moiré, on obtient $\Delta = \frac{d_1}{D} \approx 1 \%$.

Ce défaut de cohérence est accommodé par un réseau de dislocations parallèles de vecteurs de Burgers de type $\frac{a}{2} [\bar{1}10]_m$ distantes l'une de l'autre de 250 Å environ, ce qui est en accord avec la valeur du paramètre Δ (figure 39.)

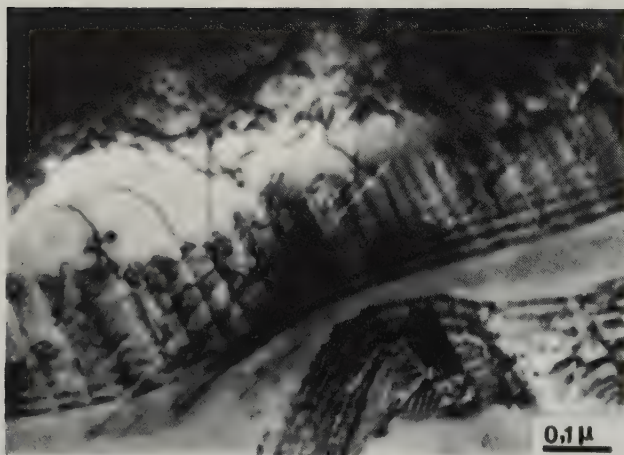
Le défaut d'accolement est donc faible. L'énergie interfaciale solide - solide est minimisée pour cette orientation des cristaux (30). L'interface est donc du type semi-cohérent.

FIGURE 38



Précipités orthorhombiques Ni_3Nb . Revenu 250 h à 700°C. Moiré parallèle obtenu à l'aide des taches $(200)_p$ et $(220)_m$.

FIGURE 39



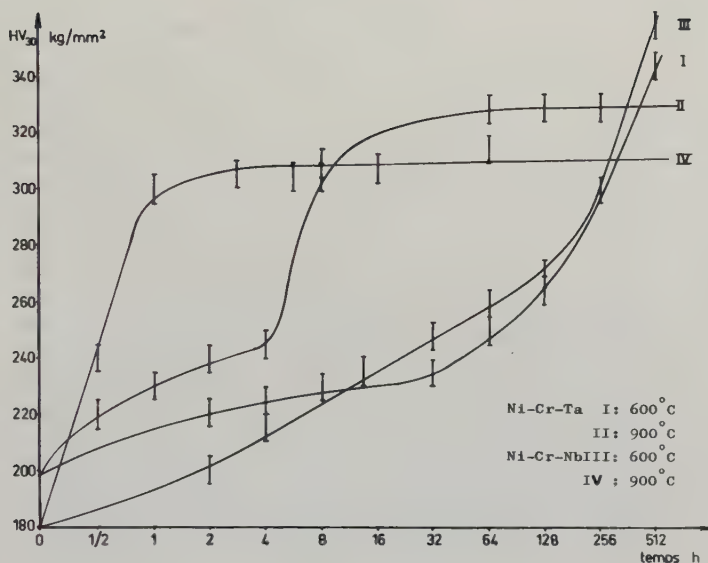
Lamelle de précipité Ni_3Nb orthorhombique. Réseau de dislocations d'interface $\frac{a}{2} [110]_m$ montrant que le plan d'accrolement est semi-cohérent.²

III - Revenus des alliages à 450, 600, 800 et 900°C

Après un revenu de 150 heures à 450°C apparaissent de fines plaquettes très dispersées de la phase Ni_3Nb quadratique. Dans ces alliages ternaires, nous n'avons pas mis en évidence la transformation que nous avons décrite dans les alliages binaires nickel-niobium.

A 600 et 800°C, les mécanismes de précipitation sont qualitativement identiques à ceux que nous avons décrits dans le cas de l'alliage binaire à la température de 700°C. Cependant, l'évolution de la dureté en fonction de la durée du revenu (figure 40) montre que la période d'incubation initiale est considérablement réduite à 600°C. Les premiers précipités sont visibles au microscope électronique après 5 minutes de revenu. Ils se présentent sous la

FIGURE 40



Courbes de dureté des alliages Ni-Cr-Nb (8 %) et Ni-Cr-Ta (8 %) revenus à 600 et 900°C.

forme de plaquettes très minces et très dispersées (figure 41). La transformation du précipité de la forme quadratique à la forme orthorhombique a lieu après 1000 heures de revenu environ à 600°C et 4 heures à 800°C.

Au dessus de 900°C, la précipitation se fait apparemment en une seule étape : il ne nous a pas été possible de mettre en évidence les précipités quadratiques même pour des temps de revenu très courts. D'autre part, la distribution des précipités orthorhombiques apparus par précipitation directe est fondamentalement différente de celle des précipités orthorhombiques

formés à partir des précipités quadratiques.

En effet, par précipitation directe à 900°C, quatre familles de lamelles étroitement enchevêtrées apparaissent. Elles sont parallèles aux quatre familles de plans (111) de la matrice. Cet enchevêtrement de ces diverses familles de précipités apparaît nettement sur les micrographies a, b, c de la figure 42 qu'il faut rapprocher de la figure 31 par exemple.

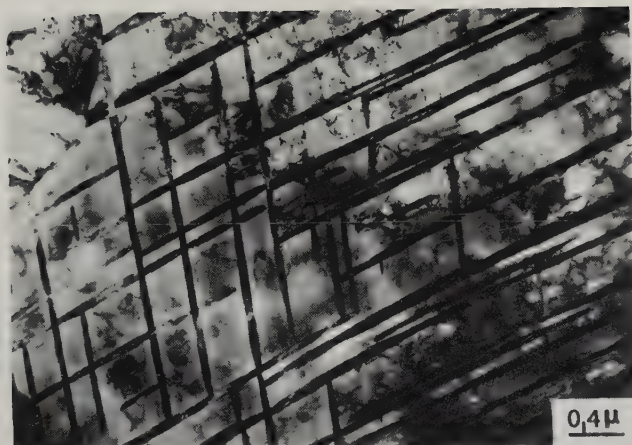
Dans le cas où le précipité orthorhombique se forme à partir d'une dispersion de précipités quadratiques orientés préférentiellement dans certaines directions par suite de l'existence de contraintes élastiques, la transformation est du type discontinu ou cellulaire et conduit à une morphologie perlitique. Nous allons montrer que ces deux textures ont des propriétés mécaniques assez différentes.

FIGURE 41

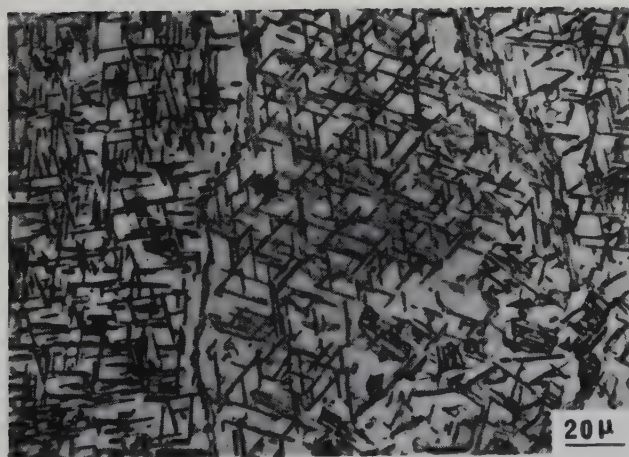


Alliage Ni-Cr-Nb (8 at%) Revenu 15 mn à 600°C

FIGURE 42



a



b

1) _m

Cependant avant de comparer les propriétés mécaniques des deux textures obtenues à des températures assez différentes (700 et 900°C), nous avons dû nous assurer que la quantité de phase précipitée est à peu près identique dans les deux cas.

Nous avons comparé les limites de solubilité à 700 et 900°C en procédant de la manière suivante :

- Nous effectuons un revenu de 20 heures à 900°C puis nous trempons dans l'eau et effectuons un revenu à 700°C. Nous n'observons pas de précipitation entre les lamelles de précipités obtenus à 900°C.

- A l'opposé, nous effectuons un revenu à 700°C en phase orthorhombique puis un traitement à 900°C suivi d'une trempe et d'un revenu à 700°C : il n'apparaît pas de précipitation nouvelle entre les lamelles de la phase orthorhombique.

Il est donc possible, d'obtenir dans ces alliages, très sensiblement la même quantité de phase précipitée mais avec une distribution fondamentalement différente. Les valeurs de la dureté de la figure 40 montrent que les caractéristiques mécaniques obtenues sont très différentes : le durcissement obtenu par revenu à 700°C est supérieur à celui obtenu par revenu à 900°C.

IV - Mécanismes de déformation par traction de l'alliage Ni-Cr-Nb (8 %) revenu à 700°C. (31) (32) (33)

A - Résultats expérimentaux

Des essais de traction effectués soit à 500°C, soit à la température ambiante soit encore à la température de l'azote liquide sur des lames de quelques millimètres d'épaisseur revenues

à 700°C ont révélé deux modes de déformation.

Au début du revenu (figure 43), en présence de précipité quadratique, la déformation se fait par glissement et cisaillement des précipités par des dislocations parfaites, de vecteurs de Burgers $1/2 [110]$ et $1/4 \langle 2\bar{0}1 \rangle$, qui sont susceptibles de se dissocier dans le précipité suivant les schémas

$$\frac{1}{2} [110] \rightarrow \frac{1}{6} [211] + \frac{1}{6} [1\bar{2}1]$$

$$\frac{1}{4} [201] \rightarrow \frac{1}{6} [111] + \frac{1}{12} [4\bar{2}1]$$

FIGURE 43



a

a-b - Traces des plans de glissement $(111)_m$ et $(112)_p$. Le cisaillement des plaquettes de précipité quadratique leur confère cet aspect ondulé.

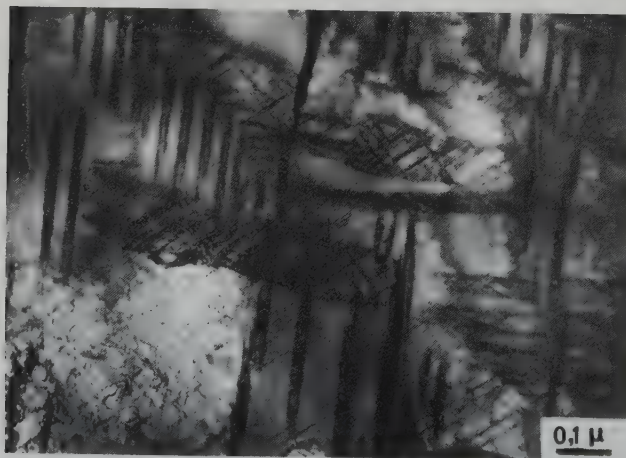
1)m

c - Image des précipités quadratiques cisailés parallèlement au plan $(112)_p$. Fond noir obtenu à l'aide de la réflexion $(200)_p$. Alliage revenu 70 h à 700°C et ayant subi un p allongement de 12 % à 500°C.

Les fautes d'empilement résultant de cette dissociation ont pu être mises en évidence par microscopie électronique (figure 44). Le mode de déformation par cisaillement est favorisé par la bonne coïncidence des plans $(111)_m$ et $(1\bar{1}2)_{pq}$.

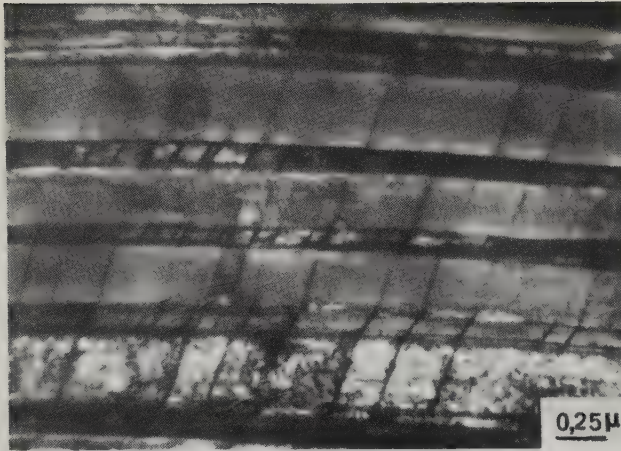
Lorsque les lamelles du précipité orthorhombique apparaissent et remplacent le précipité quadratique (140 heures à 700°C), la déformation plastique se produit même à la température de l'azote liquide, par cisaillement des précipités orthorhombiques. L'analyse des traces des plans de glissement dans la matrice et dans le précipité (figure 45) prouve que le glissement qui s'effectue sur un plan $(111)_m$ de la matrice se poursuit dans le précipité orthorhombique sur un plan (012) ou (211) . Les plans $(111)_m$ et $(012)_{po}$ ou $(211)_{po}$ font un angle d'environ 9° et se coupent suivant les directions $[\bar{1}10]_m // [100]_{po}$ et $[1\bar{1}0]_m // [\bar{1}02]_{po}$ (figure 46).

FIGURE 44



Traces des plans de glissement $(111)_m$ et $(112)_p$. Fautes d'empilement sur les plans $(112)_p$ résultant de la dissociation d'une dislocation de vecteur de Burgers $\frac{1}{4} [201]$. Alliage revenu 70 h à 700°C.

FIGURE 45



Cisaillement des lamelles de précipité orthorhombique sur un plan $(012)_p$. Traces des plans $(111)_m$ dans la matrice. Alliage revenu $P_{140\text{ h}}$ à 700°C et déformé_m par traction à la température de l'azote liquide.

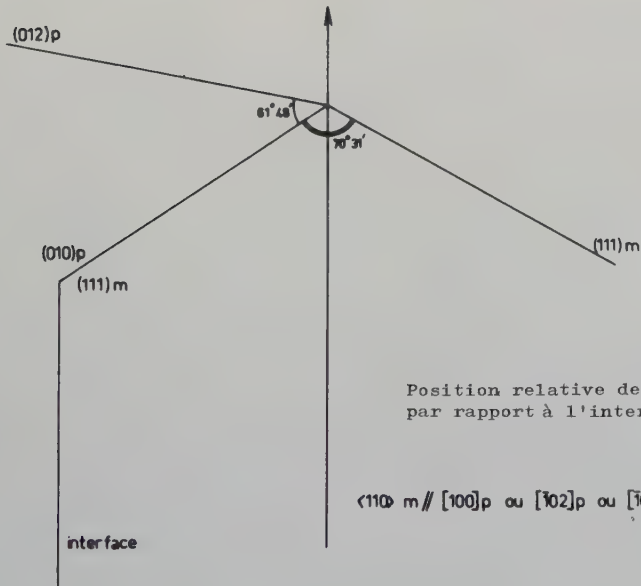


FIGURE 46

Position relative des plans de macles $(012)_p$ et $(\bar{1}11)_m$ par rapport à l'interface $(111)_m$.

$\langle 110 \rangle_m \parallel [100]_p$ ou $[102]_p$ ou $[1\bar{0}2]_p$

Une dislocation de vecteur de Burgers $\frac{1}{2} [110]_m$ glissant dans un plan $(111)_m$ peut donc se propager dans le précipité. Son vecteur de Burgers se conserve

$$\frac{1}{2} [110]_m = \frac{1}{2} [100]_p = \frac{1}{4} [102]_p$$

La déformation par glissement s'effectue donc à l'aide des systèmes :

$$\begin{aligned} & \frac{1}{2} [1\bar{1}0] , \quad (111) \quad \text{dans la matrice} \\ & \left. \begin{aligned} & \frac{1}{2} [100] , \quad (012) \\ \text{ou } & \frac{1}{4} [102] , \quad (211) \end{aligned} \right\} \text{ dans les précipités} \end{aligned}$$

Le glissement est "dévié" de 9° au franchissement de chaque interface. Nous avons pu mettre en évidence, dans le précipité, des fautes d'empilement parallèles à l'interface matrice/précipité ce qui correspond à une dissociation des dislocations $\frac{1}{2} [100]$, (010) qui sont analogues aux systèmes $[\bar{1}2\bar{1}0]$, (0001) de l'empilement hexagonal compact. Nous avons montré qu'il existe, en plus de ce glissement parallèle à l'interface, d'autres modes de déformation tels que $\frac{1}{2} [100]$, (012) et $\frac{1}{4} [102]$, (211) qui sont analogues aux glissements pyramidaux $[\bar{1}2\bar{1}0]$, $(10\bar{1}1)$ de l'empilement hexagonal compact.

Si les lames ont subi un revenu de 170 heures à 700°C , le mécanisme de déformation est fondamentalement différent. Les lamelles de précipité sont alors plus épaisses et l'interface semi-cohérent $(111)_p // (010)_p$ ne permet plus le passage des dislocations mobiles. Il semble que, pour une certaine épaisseur des lamelles, les dislocations ne soient plus glissiles, ce qui peut être dû aux

interactions entre les trois familles de dislocations de vecteurs de Burgers $\frac{1}{2}[1\bar{1}0]$, $\frac{1}{2}[10\bar{1}]$ et $\frac{1}{2}[0\bar{1}1]$ de l'interface $(111)_m$.

Ces interactions peuvent s'accompagner d'une dissociation avec formation de noeuds triples dont la mise en évidence expérimentale est très incertaine car on n'observe souvent qu'un seul système de dislocations. Les deux autres peuvent s'être échappées par suite de la très faible épaisseur des lames.

La déformation se fait alors essentiellement par maclage. Nous avons observé les trois cas suivants :

- La matrice seule se déforme par maclage (111) , $[11\bar{2}]$. Les précipités se déforment par glissement (figure 47).

- Les précipités se déforment par maclage et la matrice par glissement (figure 48).

- Précipités et matrice se déforment par maclage. Le nombre d'individus maclés est alors toujours nettement plus élevé dans le précipité que dans la matrice (figure 53).

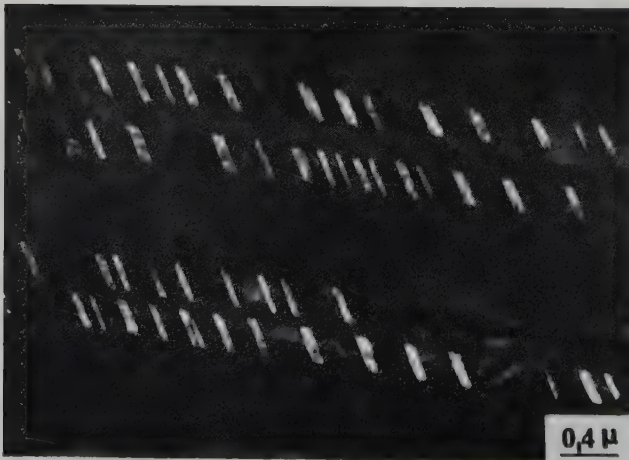
Si la déformation est limitée, les bandes maclées sont relativement larges (figures 48, 49, 50). Si elle est importante, les lamelles de précipité sont constituées d'un réseau très serré de micromacles (figure 51). Remarquons que le maclage mécanique (111) , $[11\bar{2}]$ de la matrice se produit à la température de l'azote liquide, à la température ordinaire et même lorsque la traction a été effectuée à 500°C (figure 52). Le maclage mécanique n'a guère été observé jusqu'ici qu'à très basse température dans le cas des structures cubiques à faces centrées.

FIGURE 47



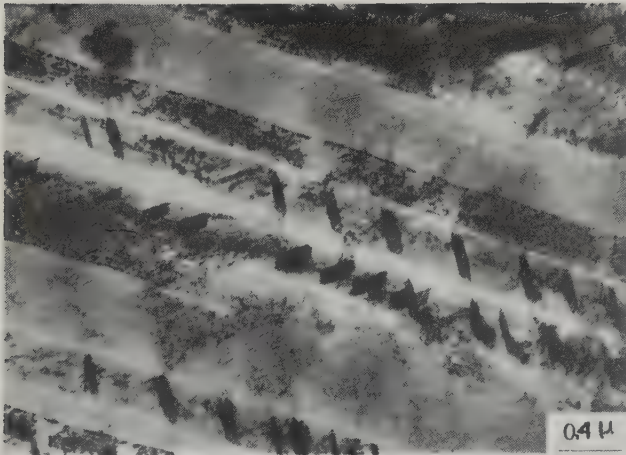
Alliage revenu 140 h à 700°C et déformé à la température ambiante.
Macles (111), $[11\bar{2}]$ dans la matrice;

FIGURE 48



Alliage revenu 180 h à 700°C et déformé à la température de l'azote liquide. Image en fond noir d'un seul système de macles dans les lamelles de précipité orthorhombique Ni_3Nb .

FIGURE 49



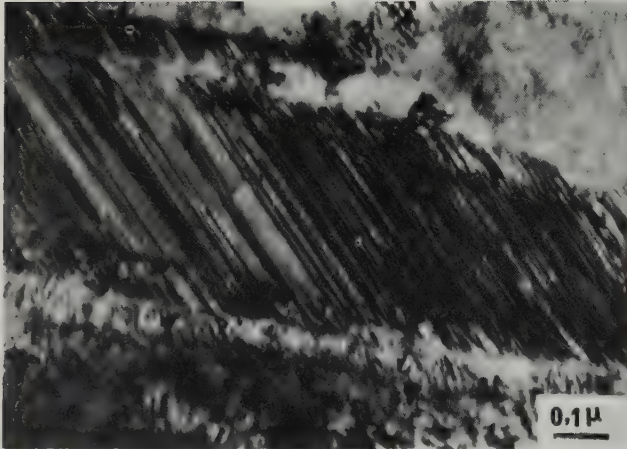
Echantillon identique à celui de la micrographie 48. Image en fond clair montrant deux systèmes de macles dans les lamelles de précipité.

FIGURE 50



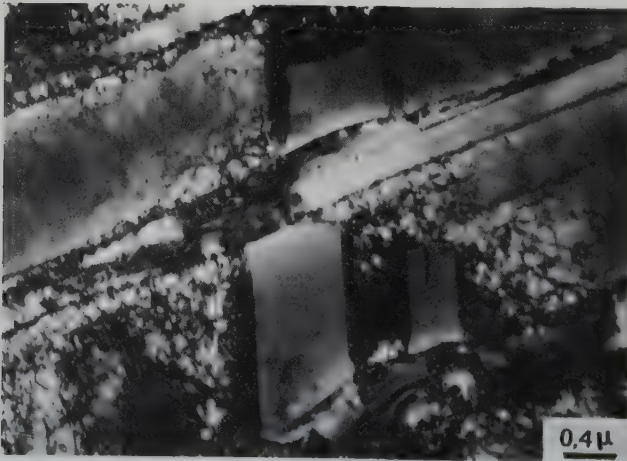
Macles épaisses et larges dans le précipité lorsque la déformation est peu importante.

FIGURE 5 1



Réseau très serré de micromacles (211) dans le précipité lorsque la déformation est importante.

FIGURE 52



Echantillon déformé par traction à 500° c . Macles mécaniques $[11\bar{2}]$, (111) dans la matrice cubique à faces centrées. La densité importante de dislocation dans la matrice prouve qu'elle s'est aussi déformée par glissement.

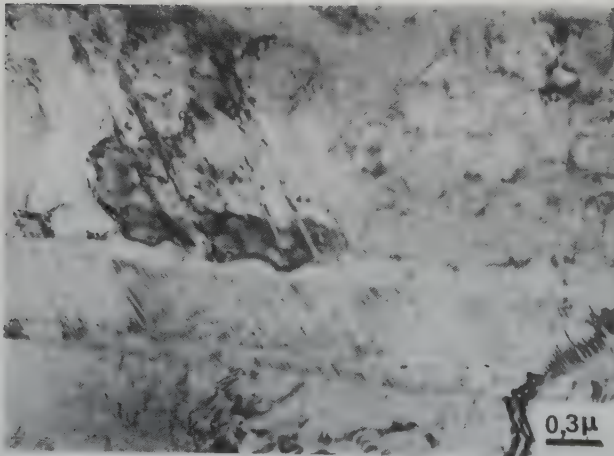
Nous avons étudié en détail le maillage des lamelles de la phase Ni_3Nb orthorhombique. Le plus souvent, un seul système de macle est visible dans une famille de lamelles. Cependant, nous avons observé des lamelles dans lesquelles il y avait deux systèmes d'individus maclés (figure 49).

L'analyse des traces des plans de macle observées sur des micrographies obtenues en fond clair (cliché a, figure 53) et en fond noir au microscope électronique, celle des diagrammes de diffraction sur lesquelles on remarque un relâchement des conditions de Laue dans certaines directions telles que $[211]_{\text{po}}^*$ ou $[012]_{\text{po}}^*$ lorsque les micromacles sont très fines, nous conduit à envisager trois systèmes de maillage qui correspondent tous à des plans de macle dont l'intersection avec l'interface est très voisine des trois directions $\langle 110 \rangle$ du plan $(111)_m$

Intersection du plan de macle avec le plan d'interface $(010)_{\text{po}}$ dans le repère orthorhombique	Plan de macle dans le repère orthorhombique $\vec{a}, \vec{b}, \vec{c}$	Plan de macle dans le repère hexagonal $\vec{A}, \vec{B}, \vec{C}$
$[100]$	(012)	$(01\bar{1}1)$
$[\bar{1}02]$	(211)	$(10\bar{1}1)$
$[\bar{1}0\bar{2}]$	$(\bar{2}11)$	$(1\bar{1}01)$

L'angle entre deux directions $[110]$ du plan $(111)_m$ est de 120° , le calcul de l'angle entre $[\bar{1}02]_{\text{po}}$ et $[100]_{\text{po}}$ nous donne $119^\circ 13'$.

FIGURE 53



Alliage revenu 180 h à 700°C et allongé jusqu'à la rupture dans l'azote liquide. Micromacles (111) dans la matrice et (211) dans le précipité.

Cependant il n'y a pas de concordance parfaite entre les plans de macle dans la matrice et les plans de macle dans le précipité. Ils font entre eux un angle de l'ordre de 9° qui est directement mesurable sur la micrographie de la figure 53 obtenue en plaçant les plans de macles parallèlement au faisceau d'électrons. Aux erreurs de mesure près, il est égal à l'angle calculé.

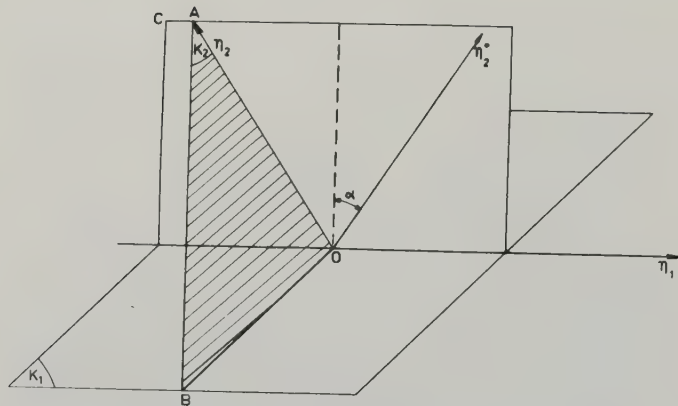
B - Analyse théorique des plans de macles déterminés expérimentalement

Après avoir déterminé expérimentalement les plans de macles mécaniques de la phase orthorhombique Ni_3Nb , il nous a semblé utile de savoir si ces plans font partie des systèmes de maclage les plus probables de cette structure. Pour cela nous avons utilisé la méthode générale proposée par Jaswon et Dove (34) que nous avons éprouvée sur un exemple dans lequel les plans de macles sont bien connus. Il s'agit du cas de l'uranium (35) dans lequel le test s'est révélé parfaitement satisfaisant. Nous avons ensuite appliqué cette méthode à la structure Ni_3Nb .

Rappelons en brièvement le principe. Sous l'effet d'une contrainte, les atomes de la portion maclée du cristal se déplacent parallèlement à une direction η_1 (direction de cisaillement) contenue dans le plan de macle K_1 . Le déplacement des atomes est proportionnel à leur distance du plan de macle. Les éléments du maclage peuvent être définis par le cisaillement homogène qui, appliqué au réseau, doit changer son orientation tout en conservant sa structure.

La figure 54 permet de suivre le raisonnement :

FIGURE 54



Tous les noeuds du réseau qui se trouvent au dessus du plan de macle K_1 vont être déplacés dans la direction η_1 d'une quantité $t_1 = k s$ où s représente le cisaillement.

Le plan (c) qui contient la normale ON au plan de macle K_1 et la direction de cisaillement η_1 s'appelle plan de cisaillement. Dans ce plan (c) un vecteur tel que $\vec{\eta}_2$ aura la même longueur η_2 après le maillage si le cisaillement correspondant est tel que

$$s = 2 \operatorname{tg} \alpha$$

où α est l'angle entre la normale ON au plan de macle K_1 et η_2 .

Tous les vecteurs qui sont dans le plan AOB qui contient η_2 et qui est normal au plan (c) ont subi une rotation mais conservent leurs modules. Pour cette raison le plan AOB est appelé second plan invariant et on le note K_2 . Si on appelle 2φ l'angle

entre les plans K_1 et K_2 , on voit aisément que $s = 2 \cotg 2\varphi$.

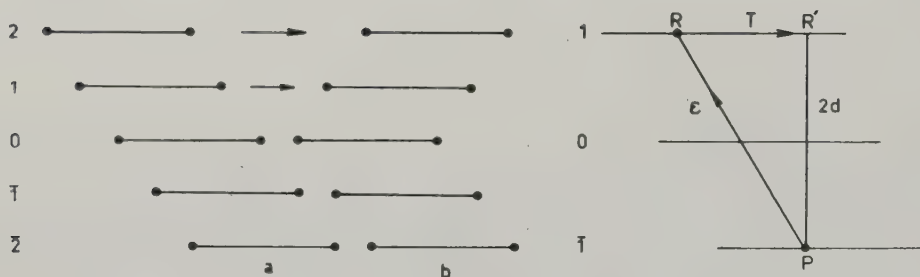
On montre que le réseau cristallin n'est pas déformé par le maillage si K_1 et η_2 sont rationnels car ils passent par les noeuds du réseau. K_2 et η_1 peuvent être irrationnels, dans le cas d'une macle de réflexion. K_1 joue alors le rôle d'un miroir. Si K_2 et η_1 sont rationnels, la macle est une macle de rotation. Pour décrire un système de maillage, il suffit de connaître K_1 et η_2 ou K_2 et η_1 .

Pour définir un cisaillement de maillage qui ne détruise pas le réseau cristallin, il faut donc choisir trois vecteurs quelconques. Ils définissent une maille. Deux des vecteurs déterminent soit le plan K_1 dans le cas d'une macle de réflexion soit le plan K_2 dans celui d'une macle de rotation.

Jaswon et Dove (34) proposent de faire ce choix de telle sorte que le cisaillement associé au maillage corresponde au plus petit cisaillement d'atomes qui permette d'obtenir une macle. Si on examine les divers systèmes de macles observés dans divers réseaux, on constate qu'ils obéissent tous à ce critère. Dans les structures relativement compactes, il permet de prévoir que les plans de macle ont des indices relativement petits dans le cas des macles de réflexion. En effet, plus les indices de K_1 sont grands plus la distance interréticulaire est petite, or le vecteur $\vec{V}$ qui définit la direction η_2 ne peut pas être plus petit que le plus petit vecteur du réseau. L'angle qu'il fait avec K_2 décroît si la distance interréticulaire décroît, ce qui implique que le cisaillement s croît.

Comme nous l'avons vu, le maillage dans un cristal à maille simple peut être représenté comme le résultat d'un cisaillement uniforme des plans atomiques, parallèle à η_1 contenue dans K_1 .

FIGURE 55



La figure 55 donne les traces $\bar{2}$, $\bar{1}$, 0, 1, 2, des plans parallèles de la maille. Le plan K_1 coïncide avec le plan 0. Nous déplaçons le plan 1 parallèlement à lui même d'une distance telle qu'il devient l'image du plan $\bar{1}$ dans le plan 0. Nous supposons avec Jaswon et Dove que le mode de déplacement le plus probable est celui pour lequel le mouvement des atomes est minimal. Le vecteur translation $\vec{T}$ est donc le plus petit de tous les vecteurs possibles. Sa direction est celle de η_1 , tandis que son module est donnée par $s = \frac{T}{d}$ où d est la distance entre plans adjacents. La figure 55 permet d'exprimer $\vec{T}$ en fonction de $\vec{\epsilon}$ et de $\vec{d}$

$$\begin{aligned}\vec{T} &= \vec{\epsilon} - 2 \vec{d} \\ T^2 &= \epsilon^2 - 4 d^2\end{aligned}$$

Nous avons alors tous les cisaillements possibles :

$$s^2 = \frac{T^2}{d^2} = \frac{\epsilon^2 - 4 d^2}{d^2} = \frac{\epsilon^2}{d^2} - 4 \quad (1)$$

$$\frac{1}{d^2} = \frac{s^2 + 4}{\epsilon^2}$$

En remplaçant par le plus petit vecteur E nous obtenons :

$$\frac{1}{d^2} \leq \frac{s^2 + 4}{E^2} \quad (2)$$

Cette inégalité limite donc les valeurs possibles pour les indices de K_1 et K_2 .

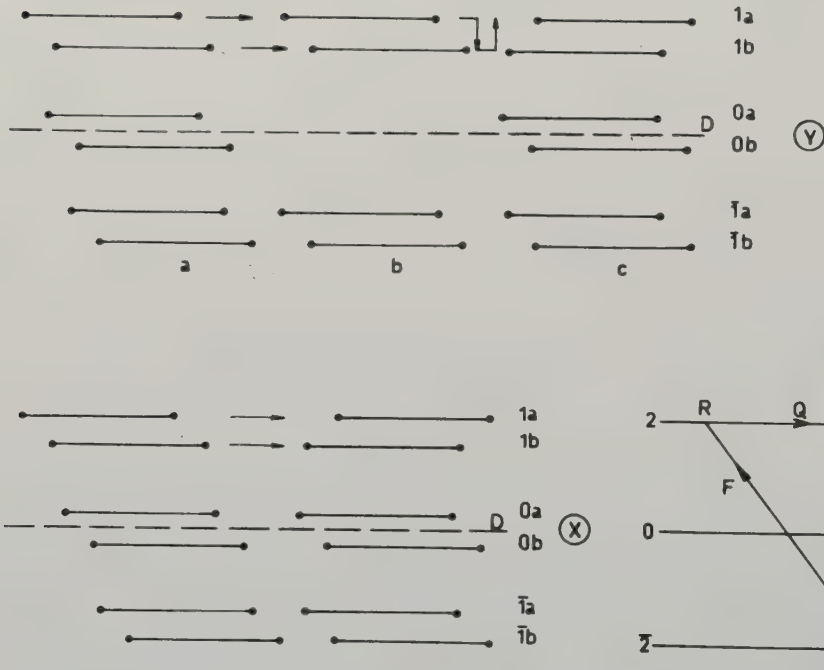
Dans le cas où la maille primitive contient plus d'un atome le problème est un peu plus compliqué. Jaswon et Dove considèrent ces réseaux complexes comme une combinaison de deux sous réseaux simples, déplacés l'un par rapport à l'autre. Dans ce cas, on considère des groupes de plans et non des plans simples, par exemple des paires de plans dans le cas d'une maille à 2 atomes.

Considérons les séquences de plans parallèles $2\bar{a}$, $1\bar{a}$, $0a$, $1a$, $2a$ et $2\bar{b}$, $1\bar{b}$, $0b$, $2b$,... Les traces de ces plans sont données dans la figure 56. La ligne hachurée représente la trace du plan de macle D.

Deux mécanismes de formation X et Y des macles peuvent être imaginés.

Le plan $2a$ vient au dessus de $2\bar{a}$ et $2\bar{b}$ au dessus de $2b$ si le déplacement est $2\vec{T}$. Les cisaillements possibles sont

FIGURE 56



tels que :

$$s = \frac{Q}{2d} \quad \text{avec} \quad \vec{Q} = \vec{F} - 4 \vec{d}$$

$$Q^2 = F^2 - 16 d^2$$

D'où $s^2 = \frac{F^2}{4 d^2} - 4$ (3) et en remplaçant $\vec{F}$ par $\vec{E}$,
nous obtenons :

$$\frac{1}{d^2} \leq \frac{4(s^2 + 4)}{E^2} \quad (4)$$

Les inégalités (2) et (4) permettent de déterminer les indices des plans possibles pour K_1 en faisant $s \ll 1$. η_1, η_2 , K_2 et s peuvent se déduire de ces équations.

Le problème a été traité à l'ordinateur (35) et appliqué à des structures pour lesquelles les systèmes de maclage sont bien connus, par exemple pour celle de l'uranium α . Le critère retenu permet de prévoir tous les systèmes effectivement observés.

Dans le cas de la structure Ni_3Nb orthorhombique, on constate effectivement que les plans de macle observés expérimentalement correspondent effectivement à des cisaillements petits.

Plan de macle	(012)	(211)	($\bar{2}11$)
Valeur du cisaillement	0,346	0,337	0,337

Les directions η_2 sont du type $[\bar{1}46]$ pour les plans (012) et $[32\bar{1}]$ pour le plan (211). K_2 et η_2 sont irrationnels.

Ces plans sont bien les trois plans pyramidaux ($10\bar{1}1$) de l'empilement hexagonal compact. Ce maclage sur un plan pyramidal ($10\bar{1}1$) a été effectivement observé dans le cas du magnésium. Il s'accompagne dans ce dernier cas, d'un cisaillement s environ 3 fois supérieur à celui des maclages (012), (211) et ($\bar{2}11$) de la structure

orthorhombique Ni_3Nb , qui sont donc relativement plus faciles que les maclages correspondants du magnésium.

Les plans de macle de la matrice et du précipité ne sont pas exactement dans le prolongement l'un de l'autre : lorsque la matrice et le précipité se macilent mécaniquement au même niveau, leur interface semi-cohérent $(111)_m // (010)_p$ est détruit.

V - Propriétés mécaniques de traction des alliages nickel-chrome-niobium

Ces alliages purs, strictement ternaires, ont une forgeabilité médiocre qui rend extrêmement difficile la mise en forme d'un lingotin de quelques kilos . De plus, ils s'usinent assez difficilement même lorsqu'ils sont en solution solide homogène. Il aurait été nécessaire d'effectuer une étude préalable complète des conditions de solidification, de la forgeabilité et de l'usinabilité avant de préparer des éprouvettes de traction de plusieurs millimètres de section. Le prix élevé de ces alliages purs ne nous a pas permis de faire cette étude.

Nous nous sommes contentés d'effectuer les essais de traction sur des fils de 0,7 mm de diamètre. Nous avons utilisé pour cela une micromachine Chévenard avec une vitesse de traction de 0,2 %/s. Pour mieux saisir la limite élastique, nous avons utilisé le montage différentiel de la machine. Malgré ces précautions, les courbes de traction ne présentent pas de limites élastiques nettes. Ce phénomène est très certainement dû au trop faible nombre de cristaux qui se trouvent dans la section droite de l'éprouvette qui a, de ce fait, un comportement qui s'approche de celui d'un monocristal. Les chiffres que nous donnons sont donc purement indicatifs. Les différentes grandeurs ont été mesurées dans les mêmes conditions

ce qui donne à leur évolution un caractère significatif. Nous nous limitons au cas de l'alliage contenant 10 at% de niobium.

Le tableau ci-dessous indique l'évolution de la limite élastique et de l'allongement avant rupture.

Traitement thermique et structure	E Kg/mm ²	A %
Trempé depuis 1250°C - solution solide	50	30 %
Revenu 50 h à 700°C - Précipité Ni ₃ Nb quadratique	62	10 %
Revenu 250 h à 700°C - Précipité Ni ₃ Nb orthorhombique	65	8 %
Revenu 15 h à 900°C - Précipité Ni ₃ Nb orthorhombique	inférieur à 55	15 %

Ce tableau confirme les observations que nous avons faites par mesures de dureté. La limite élastique maximale est obtenue pour l'alliage durci par le précipité orthorhombique formé au cours du revenu à 700°C. On remarque que les propriétés mécaniques de cet alliage durci à 900°C sont très médiocres. L'état de dispersion très différent entre la phase orthorhombique formée à 700°C et celle qui se forme à 900°C permet d'expliquer cette différence de propriétés mécaniques.

Evidemment ces alliages ternaires ne présentent pas d'intérêt pratique immédiat car leurs propriétés mécaniques restent modestes. Cependant, on peut faire une remarque qui serait très intéressante si des nuances complexes, dérivées de cette base, étaient développées : la structure la plus résistante correspond pratiquement à l'état d'équilibre à 700°C, cet état n'est pratiquement pas

modifié à 900°C. Si l'on souhaite utiliser cet alliage à 900°C, il sera préférable de le durcir à 700°C. Il conservera à 900°C ses propriétés mécaniques optimales puisqu'il n'est pas sensible au survieillissement.

Pour conclure ce paragraphe, signalons cependant qu'on remarque sur certaines courbes de traction, après la limite élastique, de petites discontinuités qui sont en relation avec la déformation plastique par maclage que nous avons mise en évidence. Ces discontinuités sont de très faible amplitude parce que le micromaclage se fait à une très petite échelle.

VI - Conclusions

Nous avons analysé en détail le mécanisme de précipitation à 700°C dans les alliages ternaires nickel-chrome-niobium et nickel-chrome-tantale.

Après une période d'incubation, un précipité métastable Ni_3Nb ordonné quadratique de type DO_{22} du Strukturbericht apparaît. Il se présente sous la forme de plaquettes minces en relations d'orientation $(100)_p // (100)_m$ et $[001]_p // [001]_m$ avec la matrice. L'écart à la cohérence est d'environ 3 % dans la direction $[001]_p$. Trois familles de précipités apparaissent dans un alliage non déformé et deux seulement dans un alliage préalablement écroui.

Nous avons mis en évidence des fautes d'empilement dans ces précipités quadratiques. Elles préfigurent, localement, l'empilement de la phase d'équilibre Ni_3Nb orthorhombique.

Si on prolonge le revenu, les plaquettes de précipité quadratique s'alignent puis se redissolvent au profit de la

phase Ni_3Nb orthorhombique de type DO_{10} du Strukturbericht en relation d'orientation $(010)_p // (111)_m$ et $[100]_p // [\bar{1}10]_m$ avec la matrice. L'interface matrice/précipité $(010)_p // (111)_m$ est semi-cohérent.

Aux différents stades du revenu, nous avons pu montrer l'existence de plusieurs modes de déformation plastique. Au début, la déformation se fait par cisaillement des précipités quadratiques à l'aide des systèmes de glissement

$$\frac{1}{2} [110]_p \text{ et } \frac{1}{4} [201]_p, (112)_p$$

Les dislocations parfaites peuvent se dissocier dans le précipité suivant un schéma :

$$\frac{1}{4} [201] \rightarrow \frac{1}{6} [111] + \frac{1}{12} [4\bar{2}1]$$

Lorsque le précipité orthorhombique apparaît, la déformation plastique se poursuit par cisaillement, même à la température de l'azote liquide. La phase orthorhombique Ni_3Nb se déforme à l'aide du système de glissement $\frac{1}{2} [100]$, (010) qui correspond au glissement basal de l'empilement hexagonal compact et des systèmes $\frac{1}{2} [100]$, (012) ou $\frac{1}{4} [102]$, (211) analogues aux glissements pyramidaux du système hexagonal. Les dislocations de vecteur de Burgers $\frac{1}{2} [100]$ peuvent se dissocier dans le plan (010) .

Après un revenu suffisant, l'interface semi-cohérent ne permet plus le cisaillement et une déformation par maclage apparaît. Ce maclage intéresse soit la matrice seule, soit le précipité seul, soit les deux à la fois. La matrice se macle sur les plans (111) . L'étude expérimentale des macles du précipité orthorhombique a permis de déterminer qu'elles ont pour plan de macles les plans (012) , $(\bar{2}11)$ et (211) qui correspondent à trois plans pyramidaux du

système hexagonal. Le maclage détruit l'interface semi-cohérent entre la matrice et le précipité. Dans ces alliages, le durcissement maximal est dû à la phase d'équilibre. Le précipité métastable, dont un des interfaces avec la matrice est cohérent, est très ductile : il est facilement cisailé par les dislocations qui sont susceptibles de s'y dissocier.

L'interface semi-cohérent du précipité orthorhombique d'équilibre est l'obstacle principal aux dislocations.

Ces alliages ne semblent pas très sensibles au sur-vieillissement.

CONCLUSIONS GENERALES

Les conclusions que nous pouvons tirer de notre étude portent à la fois sur les mécanismes de précipitation dans les alliages à base nickel et sur les propriétés de ces alliages durcis par précipitation.

Nos études permettent d'apporter des arguments dans la controverse opposant certains auteurs au sujet du mécanisme de précipitation dans les alliages nickel-aluminium. Il n'y a pas, à notre avis, de stade de préprécipitation, la phase ordonnée γ' (Ni_3Al) apparaît dès les premiers stades de revenu. Il n'y a pas de structure modulée telle que celle proposée par Manenc, les particules de précipité sont réparties dans la matrice sans aucune périodicité.

Nous avons mis en évidence une transformation nouvelle dans les alliages nickel-niobium. Par revenu de la solution solide sursaturée au dessous de 500°C et dans certaines conditions de concentration de lacunes, nous avons pu faire apparaître une phase ordonnée. Les mécanismes d'apparition et de disparition de cette phase s'apparentent à ceux d'une transformation ordre-désordre. Des études complémentaires sont nécessaires pour préciser le motif cristallin de cette phase.

Nous avons totalement élucidé le mécanisme de précipitation dans les alliages ternaires nickel-chrome-niobium et nickel-chrome-tantale (à 8 et 10 at% de niobium ou de tantale). Re-

marquons tout d'abord que la présence de chrome supprime la transformation observée à basse température sur les alliages nickel-niobium. Dans les alliages ternaires, deux régimes de précipitation distincts apparaissent suivant la température :

- Au dessus de 900°C la phase d'équilibre Ni_3Nb précipite directement en quatre familles de lamelles étroitement mêlées et respectivement parallèles aux quatre plans (111) de la matrice.

- En dessous de 900°C, une phase transitoire métastable apparaît préalablement. Cette phase a une structure quadratique ; elle est en cohérence avec la matrice mais le défaut de cohérence, de l'ordre de 3 % dans la direction $[001]$, favorise une morphologie en plaquettes d'autant plus petites et d'autant plus nombreuses que la température de revenu est plus basse. Des défauts d'empilement ont été mis en évidence dans cette structure.

Après un temps plus ou moins long qui dépend de la température (1000 h à 600°C, 100 h à 700°C et 4 h à 800°C) et de la densité de défauts d'empilement, cette phase quadratique disparaît au profit de la phase orthorhombique par un mécanisme de précipitation cellulaire. Les lamelles sont parallèles à une seule famille de plans (111). La structure obtenue est de type perlitique.

L'étude des modes de déformation nous a montré que le précipité quadratique cohérent avec la matrice est relativement plastique. Il se déforme par cisaillement et provoque un durcissement limité de l'alliage.

La phase orthorhombique est, elle aussi, relativement plastique mais lorsqu'elle est dispersée dans la matrice sous forme de lamelles assez épaisses et parallèles, l'interface semi-cohérent matrice-précipité bloque la propagation des dislocations.

La déformation plastique s'effectue alors essentiellement par maclage aussi bien dans la matrice que dans le précipité. Ce maclage détruit l'interface semi-cohérent et fait apparaître des microcavités entre la matrice et le précipité. Compte tenu de la dimension très faible des lamelles et des macles, ces cavités ne doivent pas avoir une incidence considérable sur la résistance à la fatigue de ce matériau, car elles ont une dimension très inférieure à la taille critique de fissure nécessaire pour que celle-ci se propage. Il n'en est peut être pas de même si les lamelles et les macles ont des dimensions plus importantes comme dans le cas d'un eutectique orienté $\text{Ni-Ni}_3\text{Nb}$ qui possède, à une échelle différente, la même morphologie que la texture pseudo-perlitique que nous avons décrite. Le durcissement maximal est obtenu pour cette structure. La précipitation directe à 900°C n'améliore que très peu les propriétés élastiques de l'alliage.

Le durcissement par le niobium est relativement modeste, celui par le tantale est supérieur mais la densité et le prix de ces éléments constitueront pendant longtemps encore des handicaps considérables. Il n'en reste pas moins qu'il pourrait être intéressant de poursuivre les investigations sur des alliages contenant du cobalt, du molybdène ou du tungstène en vue de renforcer la matrice et peut être, de faire apparaître d'autres phases dispersées. Il semble bien cependant que ces alliages ne se justifiaient que comme alliages de moulage et peut être comme alliages à solidification orientée.

ANNEXE I

FONDEMENTS DES THEORIES DE LA

COALESCENCE DE WAGNER LIFSHITZ ET SLYOZOV (15)

Considérons le cas où un élément B est concentré dans des particules dispersées au sein d'une matrice α . La solubilité du composant B dans la matrice α ne peut pas être considérée seulement comme une fonction de la température surtout si les particules sont très petites car les effets d'interfaces peuvent être importants et influencer considérablement cette solubilité.

Envisageons le cas de particules sphériques de l'élément B dispersées dans une matrice α . Appelons σ l'énergie d'interface entre la matrice et le précipité.

Nous allons calculer la pression de vapeur de B en fonction du rayon de courbure r de la particule. En général, les pressions de vapeur correspondent à des particules de très grands rayons et à la limite pour des surfaces planes (rayon de particules infini). A l'intérieur de la particule, nous noterons cette pression $p_{B\infty}^i$ et $p_{B\infty}^e$ à l'extérieur. Pour une particule de rayon r ces notations deviendront p_{Br}^i et p_{Br}^e .

A température et à pression extérieure constante il n'y a pas de gradient de pression en phase gazeuse donc :

$$p_{Br}^e = p_{B\infty}^e = p_B^e$$

A l'intérieur de la particule de rayon r le problème se complique. Considérons un élément de surface dA de la particule et sa normale $\vec{n}$ et déplaçons cet élément de surface dA d'une longueur dn en conservant le volume total constant. A l'équilibre, l'énergie libre F sera minimum et puisque la température est constante $dF = -dW = 0$.

La phase vapeur a subi un changement de volume dV_g et la particule B un changement de volume dV_B auquel correspond un changement d'aire de l'élément de surface $d(dA)$. Le travail total effectué au cours de cette modification est donc :

$$dW = p_B^e dV_g + p_{Br}^i dV_B - \sigma d(dA)$$

donc comme $dW = 0$

$$\sigma d(dA) - p_B^e dV_g - p_{Br}^i dV_B = 0$$

Des considérations géométriques permettent d'écrire :

$$d(dA) = \frac{2}{r} dA \cdot dn$$

et

$$dA \cdot dn = dV_B = -dV_g$$

d'où

$$d(dA) = \frac{2}{r} dV_B$$

et en substituant dans l'équation $dW = 0$, on obtient :

$$p_{Br}^i - p_B^e = \frac{2\sigma}{r}$$

si $r \rightarrow \infty$ $p_B^e = p_B$ (pression de vapeur de B)

donc : $p_{Br}^i - p_B = \frac{2\sigma}{r}$

A température constante le changement de potentiel chimique correspondant à cette transformation s'écrit :

$$d\mu_B = V_B \cdot dp$$

V_B = volume molaire du constituant B pur

μ_B = potentiel chimique du constituant B pur

donc :

$$\mu_{Br} - \mu_B = V_B (p_{Br}^i - p_B) = \frac{2\sigma V_B}{r}$$

On peut considérer que la solution α est diluée donc que la loi de Henry est suivie et dans le cas où α est en équilibre avec une particule de rayon infini

$$(a_B^\alpha)_\infty = a_{B\infty} = 1 = \gamma (\chi_B^\alpha)_\infty \quad \text{avec } \gamma : \text{coefficient d'activité}$$

donc :

$$\gamma = \frac{1}{(\chi_B^\alpha)_\infty}$$

D'autre part :

$$(a_B^\alpha)_r = \gamma (\chi_B^\alpha)_r = \frac{(\chi_B^\alpha)_r}{(\chi_B^\alpha)_\infty}$$

A l'équilibre $a_{Br} = (a_B^\alpha)_r$

d'autre part :

$$\mu_{Br} - \mu_B = RT \log a_{Br} \leq RT \log (a_B^\alpha)_r = \frac{2 \sigma V_B}{r}$$

$$\log \frac{(\chi_B^\alpha)_r}{(\chi_B^\alpha)_\infty} = \frac{2 \sigma V_B}{r \cdot RT}$$

(pour simplifier l'écriture nous noterons $(\chi_B^\alpha)_\infty = \chi_B^\alpha$).

La solubilité de B dans la solution α dépend exponentiellement du rayon de la particule r . Plus la particule de B est petite, plus la solubilité de B dans la solution α est grande ; ce dernier point se comprenant parfaitement bien, les petites particules ayant un rapport surface-volume grand, le terme d'énergie interfaciale est important.

On conçoit donc facilement que si on se trouve en présence de particules de tailles différentes dispersées dans la solution, les plus petites auront tendance à se redissoudre au profit des plus grosses c'est le phénomène de coalescence ou de "maturation". Le terme d'énergie interfaciale sera minimum lorsqu'il ne restera qu'une seule grosse particule sphérique dans la solution.

L'analyse théorique du phénomène de coalescence a permis d'envisager deux possibilités :

- dans la première, le phénomène de coalescence est contrôlé par la vitesse de diffusion du soluté B dans la matrice α .

- dans la seconde, il est contrôlé par la vitesse du transfert de la matière au niveau de l'interface matrice-particule.

Evidemment certains paramètres peuvent influencer considérablement la cinétique de coalescence. Par exemple, une déformation plastique qui laisse un réseau de dislocations ou de sous-joints dans la matrice peut modifier totalement la cinétique du processus en créant des courts-circuits de diffusion. Le test expérimental des théories proposées devra donc être effectué avec beaucoup de prudence.

Revenons sur l'équation de Freundlich-Thomson en remarquant tout d'abord qu'elle peut être étendue aux particules non sphériques à la condition qu'elles soient dans leur forme d'équilibre. D'autre part, très généralement :

$$2\sigma V_B \ll RT.r \quad \text{donc}$$

$$\left(\chi_B^a \right)_r = \chi_B^a \left(1 + \frac{2\sigma V_B}{RT.r} \right)$$

La force motrice qui provoque la croissance d'une particule est liée aux gradients de concentration qui existe dans un système de particules de tailles différentes.

En général, on fait l'approximation que les gradients de concentration sont indépendants du temps et on utilise alors la première loi de Fick.

Nous nous intéresserons en détail au cas où la coalescence est contrôlée par la diffusion du soluté et nous nous contenterons d'indiquer les résultats obtenus lorsqu'elle est contrôlée par la "migration à l'interface".

Une particule grossira ou aura tendance à disparaître suivant la valeur des gradients de concentration au voisinage de l'interface.

La modification du rayon de la particule au cours du temps peut s'écrire :

$$4 \pi r^2 \frac{dr}{dt} = D \frac{1}{r} 4 \pi R^2 \frac{d\chi_B}{dR}$$

$\frac{d\chi_B}{dR}$ représentant le gradient de concentration dans un anneau de rayon R autour de la particule.

Après intégration, on peut écrire :

$$\frac{dr}{dt} = \frac{-D}{r} (\chi_{Br}^\alpha - \chi_{B1}^\alpha) \chi_{B1} \text{ ou } \chi_{B1} \text{ est la concentration}$$

du soluté très loin de la particule.

Quand la solubilité des particules est faible, on peut considérer que le nombre total des atomes contenus dans les particules est constant et indépendant de la distribution de taille des particules.

On peut donc écrire :

$$\sum 4 \pi r^2 \frac{dr}{dt} = 0$$

d'où, on tire :

$$\sum - 4 \pi r D (\chi_{Br}^\alpha - \chi_{B1}^\alpha) \chi_{B1} = 0$$

et
$$\sum 4 \pi r D \left[\chi_{B1}^\alpha - \chi_B^\alpha \left(1 + \frac{2 \sigma V_B}{RT \cdot r} \right) \right] \chi_{B1} = 0$$

d'où
$$(\chi_{B1}^\alpha - \chi_B^\alpha) \sum r = \sum \frac{2 \sigma V_B \chi_B^\alpha}{RT} = 2 n \sigma V_B \cdot \frac{\chi_B^\alpha}{RT}$$

où n est le nombre total de particules à chaque instant.

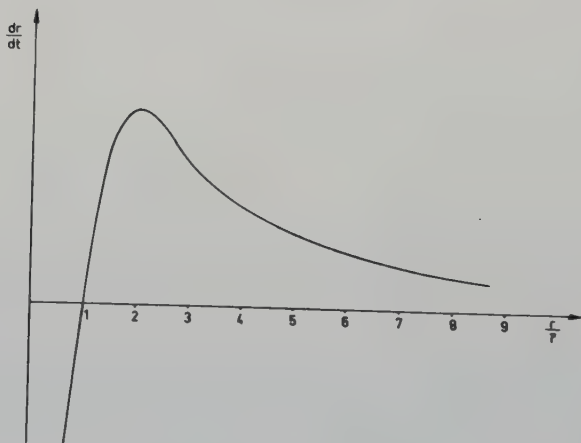
Si on pose $\frac{\sum r}{n} = \bar{r}$ (moyenne arithmétique des rayons des particules du système et si on introduit cette nouvelle valeur dans l'équation de Freunlich Thomson, puis dans la dernière équation, il vient :

$$\chi_{Bl}^{\alpha} - \chi_{Br}^{\alpha} = \frac{2 \sigma v_B \cdot \chi_B^{\alpha}}{RT} \left(\frac{1}{\bar{r}} - \frac{1}{r} \right)$$

Comme $\frac{dr}{dt} = -D(\chi_{Br}^{\alpha} - \chi_{Bl}^{\alpha}) \frac{1}{r}$, nous obtenons :

$$\frac{dr}{dt} = \frac{2 D \sigma v_B \chi_B^{\alpha}}{RT \cdot r} \left(\frac{1}{\bar{r}} - \frac{1}{r} \right) \quad (1)$$

Figure 57



L'étude de cette relation et du graphe (figure 57) qui la représente permet d'effectuer les constatations suivantes :

- à un instant donné toute particule de rayon égal au rayon moyen des particules n'évolue pas.

- les particules de rayons inférieurs à $\bar{r}$ se dissolvent avec une vitesse croissante si $\bar{r}$ décroît.

- les particules de rayons supérieurs à $\bar{r}$ grossissent mais la vitesse de croissance passe par un maximum pour une valeur du rayon approximativement double de celle du rayon moyen.

- le nombre de particules décroît donc sans cesse, cependant simultanément le rayon moyen $\bar{r}$ augmente et de ce fait la vitesse de croissance diminue progressivement.

- toute particule de rayon supérieur à deux fois le rayon moyen continue à croître mais à une vitesse nettement plus faible que pour $r = 2 \bar{r}$, si bien qu'elles auront tendance à disparaître.

Cette simple analyse permet donc de prévoir un "cut off" relativement aigu dans la distribution des particules au voisinage de $r = 2 \bar{r}$. Nous verrons plus loin qu'une analyse plus sophistiquée permet de prévoir que toute particule telle que $r > 1,5 \bar{r}$ ne peut exister. Cependant, compte tenu des approximations faites dans cette théorie, nous pouvons nous contenter de l'ordre de grandeur $r \approx 2 \bar{r}$.

Par un raisonnement semblable à celui effectué précédemment, on peut montrer que si le processus est contrôlé par le passage à l'interface la vitesse de croissance $\frac{dr}{dt}$ se met sous la forme :

$$\frac{dr}{dt} = \frac{2 C \sigma v_B^l \chi_B^\alpha}{RT} \left(\frac{\Sigma r}{\Sigma r^2} - \frac{1}{r} \right) \quad (2)$$

où C est une constante.

Envisageons maintenant l'influence de la distribution initiale des tailles des particules et analysons son évolution au cours de la coalescence.

Cette distribution est telle que :

$$n = \int_0^\infty f(r, t) dr$$

Si la distribution des rayons est assez large certaines particules disparaissent et n décroît avec le temps.

Si on traite le problème dans toute sa généralité en considérant que la croissance est contrôlée à la fois par le passage à l'interface et la diffusion dans la matrice, la vitesse de croissance s'écrit :

$$\frac{dr}{dt} = - \frac{2 \sigma v_B^l \chi_B^\alpha}{RT \cdot r} \left(\frac{CD}{Cr + D} \right) \left[1 - r \left(\frac{\int_0^\infty f(r, t) r \cdot dr / (cr + D)}{\int_0^\infty f(r, t) r^2 dr / (Cr + D)} \right) \right] \quad (3)$$

Quand le mécanisme est contrôlé par la diffusion alors $Cr \gg D$ et on retrouve un résultat analogue à l'équation (1), s'il est contrôlé par le passage à l'interface $Cr \ll D$ et on retrouve l'équation (2).

A partir de l'équation générale (3), on peut déterminer la vitesse de changement de la distribution des tailles et en déduire le temps nécessaire pour que cette distribution corresponde à un état stationnaire :

$$\frac{\delta f(r,t)}{\delta t} = - \frac{2 \sigma v_B^l \chi_B^\alpha}{RT \cdot r_s} \frac{\delta}{\delta r} \left[\frac{CD}{Cr + D} (r - r_s) \frac{f(r,t)}{r} \right]$$

où r_s est le moyen d'une particule invariante à un instant donné.

On considère que la distribution initiale des particules est gaussienne, donc au temps t_0

$$f(r, t_0) = \chi_B^\alpha \exp \frac{-(r - r_0)^2}{2 \epsilon_0^2 \bar{r}_0^2}$$

ϵ_0 est un paramètre d'écart, donc si on envisage une distribution initialement étroite $\epsilon_0 \ll 1$.

L'évolution de la distribution $f(r, t)$ au cours du temps peut être caractérisée par $\frac{d\epsilon}{dt}$ et on montre que

$$\frac{d\epsilon}{dt} = \frac{2 \sigma v_B^l \chi_B^\alpha}{\bar{r}_0^2 RT} \left(\frac{CD}{C\bar{r}_0 + D} \right) \epsilon$$

qui, au temps t a une solution de la forme

$$\epsilon(t) = \epsilon_0 \exp \left(\frac{t}{\tau} \right)$$

avec la constante de temps

$$\tau = \frac{\bar{r}_0^2 RT}{2 \sigma v_B^l \chi_B^\alpha} \left(\frac{C \bar{r}_0 + D}{CD} \right)$$

Lorsque t est supérieur à τ la distribution est à peu près stable et on peut constater que si la coalescence est contrôlée par la diffusion $C_{\overline{r}_0} \gg D$ alors $\tau \simeq \overline{r}_0^3$; si le phénomène est contrôlé par le passage à l'interface $\tau \simeq \overline{r}_0^2$.

Lorsque le mécanisme est contrôlé par la diffusion dans la matrice $\frac{dr}{dt} \sim r^{-2}$ pour les particules petites ($r \ll \overline{r}$) et on peut montrer que $f(r, t)$ est proportionnel à r^2 .

Wagner écrit alors $f(r, t)$ sous la forme d'un produit d'une fonction du temps et d'une fonction du rayon des particules.

Comme $f(r, t) \sim r^2$, il écrit cette deuxième fonction $\rho^2 h(\rho)$ avec $\rho = \frac{r}{r_s}$ et telle que pour $\rho \simeq 0$ $h(\rho) = 1$.

Or nous savons que dans le cas du mécanisme contrôlé par la diffusion $r_s = \overline{r}$ or

$$\overline{r} = \frac{\int_0^\infty r f(r, t) dr}{\int_0^\infty f(r, t) dr} = r_s$$

et la fonction $h(\rho)$ doit être telle que :

$$\int_0^\infty \rho^2 h(\rho) d\rho = \int_0^\infty \rho^3 h(\rho) d\rho$$

L'étude complète de cette relation montre que la solution correspond à un état stationnaire de la distribution des tailles de particules

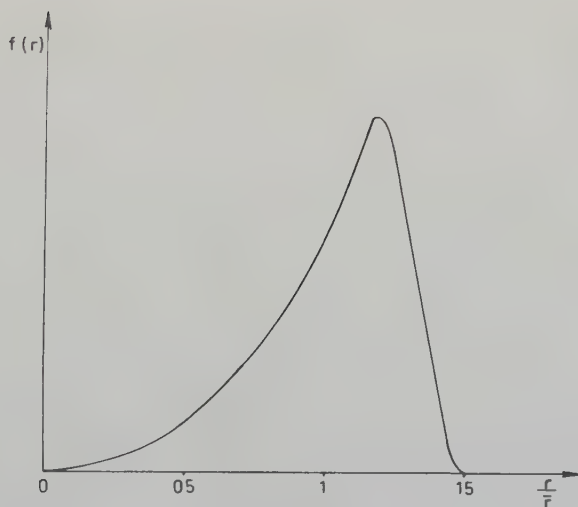
$$f(r,t) \approx \rho^2 h(\rho)$$

$$f(r,t) \sim \rho^2 \left(\frac{3}{3+\rho} \right)^{7/3} \left(\frac{1,5}{1,5-\rho} \right)^{11/3} \exp\left(\frac{-\rho}{1,5-\rho} \right) \quad \text{si } \rho < 1,5$$

$$f(r,t) = 0 \quad \text{si } \rho > 1,5$$

La distribution des rayons est brusquement interrompue pour $r = 1,5 \bar{r}$ et la distribution présente un maximum pour $r = 1,135 \bar{r}$. Ces deux dernières prédictions ont été utilisées comme tests à la théorie.

Figure 58



Pour des temps longs comparés à τ , l'expression de la variation approximative du rayon moyen des particules en fonction du temps est :

$$\frac{\bar{r}}{r} - 3 = \frac{8 D \chi_B^\alpha \sigma^2 v_B t}{9 RT}$$

On peut montrer que des tests du même type peuvent être utilisés pour vérifier la théorie dans le cas du mécanisme contrôlé par le passage à l'interface.

Ces tests nous paraissent toutefois trop sévères car ils dépendent du choix de la distribution initiale et de certaines approximations effectuées dans les calculs. Rappelons simplement que la théorie élémentaire qui ne fait aucune hypothèse sur la forme de la distribution initiale permet de prévoir une coupure dans la distribution aux environs de $r = 2 \bar{r}$. Il nous semble plus raisonnable de nous en tenir à un ordre de grandeur plutôt qu'à une valeur aussi précise que $r = 1,5 \bar{r}$.

La théorie a été étendue au cas de la croissance des particules sur les joints de grains. L'intégration de l'équation donnant $\frac{dr}{dt}$ montre que dans ce cas la puissance quatrième du rayon des particules est une fonction linéaire du temps.

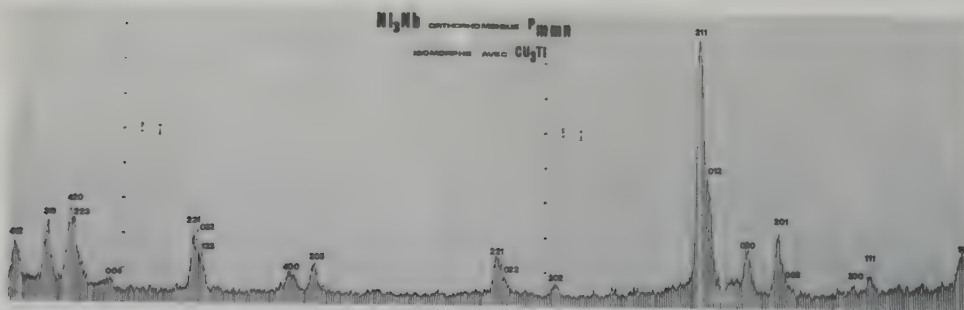
D'autre part puisque cette coalescence s'effectue dans les joints de grains, l'énergie d'activation du processus doit être nettement plus faible que pour celui contrôlé par la diffusion dans la matrice.

ANNEXE II

Relations angulaires entre plans réticulaires dans le réseau orthorhombique de Ni_3Nb (calculé à la machine I.B.M.)

angle de	avec					d° A
	(100)	(010)	(001)	(110)	(201)	
(100)	0,00	90,00	90,00	50,22	29,26	5,10
(001)	90,00	90,00	0,00	90,00	60,73	4,55
(010)	90,00	0,00	90,00	39,77	90,00	4,25
(101)	48,25	90,00	41,74	64,78	18,99	3,39
(110)	50,22	39,77	90,00	0,00	56,07	3,26
(011)	90,00	43,01	46,98	55,81	70,51	3,10
(111)	58,66	51,35	54,35	35,64	42,39	2,65
(200)	0,00	90,00	90,00	50,22	29,26	2,55
(002)	90,00	90,00	0,00	90,00	60,73	2,27
(201)	29,26	90,00	60,73	56,07	0,00	2,22
(210)	30,98	59,01	90,00	19,23	41,59	2,18
(020)	90,00	0,00	90,00	39,77	90,00	2,12
(102)	65,95	90,00	24,04	74,88	36,69	2,08
(012)	90,00	61,81	28,18	68,71	64,47	2,00
(211)	39,39	62,34	64,34	31,67	27,65	1,97
(120)	67,39	22,60	90,00	17,17	70,41	1,96
(021)	90,00	25,01	64,98	45,85	78,07	1,92
(112)	68,53	63,92	34,88	55,11	43,92	1,86
(121)	69,33	32,01	66,69	28,66	59,91	1,80
(300)	0,00	90,00	90,00	50,22	29,26	1,70
(202)	48,25	90,00	41,74	64,78	18,99	1,69
(220)	50,22	39,77	90,00	0,00	56,07	1,63
(301)	20,48	90,00	69,51	53,17	8,78	1,59
(310)	21,81	68,17	90,00	28,40	35,91	1,58
(212)	51,81	68,20	46,14	47,08	28,60	1,57

angle de	avec					d° Å
	(100)	(010)	(001)	(110)	(201)	
(022)	90,00	43,01	46,98	55,81	70,51	1,55
(221)	52,96	43,66	70,27	19,72	46,33	1,53
(003)	90,00	90,00	0,00	90,00	60,73	1,51
(311)	28,70	69,44	70,87	33,79	22,28	1,49
(122)	73,07	45,61	49,25	43,62	55,03	1,48
(103)	73,43	90,00	16,56	79,48	44,17	1,45
(013)	90,00	70,34	19,65	75,01	62,59	1,43
(030)	90,00	0,00	90,00	39,77	90,00	1,41
(113)	74,35	71,09	24,93	65,06	47,26	1,37
(130)	74,48	15,51	90,00	24,26	76,50	1,36
(302)	36,76	90,00	53,23	59,16	7,50	1,36
(031)	90,00	17,27	72,72	42,79	81,65	1,35



BIBLIOGRAPHIE

- | | | |
|------|---------------------|--|
| (1) | LUND CH | DMIC Memorandum 73, 17 Nov 1960. |
| (2) | JUNGMANN | Thèse Nancy, 1969. |
| (3) | MANENC | Mémoires Scientifiques de la Revue de Métallurgie, 11, 1957, p. 867. |
| (4) | MANENC | C.R. Ac. Sc. 1956, p. 2344. |
| (5) | MANENC | Acta Met. 7, fév. 1959, p. 124. |
| (6) | MANENC | Revue du Nickel, Juil. Août 1963, p. 97. |
| (7) | DANIEL, LIPSON | Proc. Royal Society, 1943, 181, p. 368. |
| | HARGREAVES | Acta Cryst. 1951, 4, p. 301. |
| | TIEDEMA | Acta Met. 1957, 5, p. 310. |
| | BIEDERMANN | Zeits Für Metallkunde 1956, 289, p. 760 |
| | KNELLER | |
| (8) | GUINIER | Acta Met. 1955, 3, p. 510. |
| (9) | MANENC | C.R. Ac. Sc. 1959, 248, p. 1514. |
| (10) | PHILLIPS | Acta Met. 14, nov. 1966, p. 1533. |
| (11) | ARDELL & NICHOLSON | Acta Met. 1966, 14, 1295. |
| (12) | ARDELL & NICHOLSON | J. Phisics, Chem. Solids 1966, 27, 1793. |
| (13) | WAGNER | Z. Electrochem. 1961, 65, 581. |
| (14) | LIFSHITZ et SLYOZOV | J. Physics, Chem. Solids, 1961, 19, 35. |
| (15) | M. GANTOIS | Communication privée. |

- (16) R.A. SWALIN et A. MARTIN
Trans. Am Inst. Min. Metall.
Engrs 206, 567, (1956)
- (17) DUERDEN & HUME ROTHERY
J. Less Common Metals 11, 1966
381.
- (18) LARSON; TAGGART, POLONIS
Trans. AIME 1, 1970, 485.
- (19) EISELSTEIN
ASTM STP 369, 1965, p. 62.
- (20) BATURNISKAYA et CHERNY
Fig. Met. Metallov 1965, 20
579.
- (21) WEINER et IRANI
Trans. ASM, 1966, 340.
- (22) LIVCHITZ et OSVENSKIZ
JZVEST, Akad. Nauk SSSR
Tekh. Nauk, Metal. Topl 1962,
n° 1, 138 - 46 CNRS 23,8
19 881.
- (23) KIRMAN et WARRINGTON
JISI déc. 1967, 1264.
- (24) WAGNER
Dmic report 217, 1965.
- (25) NOVOTNY et OSTERREICHER
Mh. Chem. 95, 982, 1964.
- (26) A. ROYER et M. GANTOIS
C.R. Ac. Sc. 268 C, 1969, 391.
- (27) FRN NABARRO
Proc. Phys. Soc London 52-90
1940.
- (28) A. ROYER et M. GANTOIS
C.R. Ac. Sc. 270 C, 1970, 162.
- (29) ESHELBY
Acta Met. Vol. 14, Oct. 1966
1295-1309.
- (30) KRAFT
Trans. AIME 224, 65, 1962.
- (31) A. ROYER et M. GANTOIS
C.R. Ac. Sc. 270 C, 1970, 1273.
- (32) A. ROYER et M. GANTOIS
Scripta Met. Août 1970, p. 651.
- (33) A. ROYER et M. GANTOIS
Mém. Sci. (à paraître).
- (34) JASWON et DOVE
Act. Cryst. 1957, 10, 14-18.
- (35) B. SCHMITT
Communication privée.

TABLE DES MATIERES

INTRODUCTION

- Plan général.....	6
- Techniques expérimentales.....	8

<u>CHAPITRE I</u> : Mécanisme de précipitation dans un alliage Ni-Al revenu à 638°C et 700°C.....	13
--	----

<u>CHAPITRE II</u> : Etude du revenu de la solution solide sur- saturée nickel-niobium à 10 At% de niobium..	29
---	----

<u>CHAPITRE III</u> : Mécanisme de précipitation et de déforma- tion plastique de deux alliages Ni-Cr-Nb et Ni-Cr-Ta.....	39
---	----

<u>CONCLUSIONS GENERALES</u>	97
------------------------------	----

<u>ANNEXE I</u>	100
-----------------	-----

<u>ANNEXE II</u>	113
------------------	-----

<u>BIBLIOGRAPHIE</u>	
----------------------	--

NOM DE L'ETUDIANT : ROYER Alain

Nature de la thèse : Doctorat ès Sciences Appliquées

Vu, Approuvé

et Permis d'imprimer

NANCY, le 19 Octobre 1970



Le Doyen,

A handwritten signature in dark ink, consisting of a large, stylized 'J' followed by a horizontal line and a smaller, cursive-like flourish.

J. AUBRY

DEUXIEME THESE

Proposition donnée par la Faculté :

LA GRAPHITISATION DANS LES FONTES

Cet exemplaire est imprimé
à des fins particulières et
ne peut en aucun cas être
vendu.

Achevé d'imprimer le 14 Octobre 1970 au Service
de Documentation du Laboratoire de Métallurgie
et Chimie du Solide associé au CNRS sous n° 26 -
Parc de Saurupt NANCY

Dépôt légal n° 14 - Faculté des Sciences, Editeur
4ème Trimestre 1970

